

## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Commissioner  
 US Department of Commerce  
 United States Patent and Trademark  
 Office, PCT  
 2011 South Clark Place Room  
 CP2/5C24  
 Arlington, VA 22202  
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
 in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year)  
 20 February 2001 (20.02.01)

International application No.  
 PCT/SE00/01453

Applicant's or agent's file reference  
 0005 PCT

International filing date (day/month/year)  
 06 July 2000 (06.07.00)

Priority date (day/month/year)  
 06 July 1999 (06.07.99)

Applicant

DAHLLÖF, Håkan et al

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:  
 12 January 2001 (12.01.01)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was

☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO  
 34, chemin des Colombettes  
 1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

Authorized officer

R. E. Stoffel

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

PCT

(Faxad  
2000-07-06)

REQUEST

The undersigned requests that the present international application be processed according to the Patent Cooperation Treaty.

For receiving Office use only

PCT/SE 00 / 0 1 4 5 3	
International Application No.	
06 -07- 2000	
International Filing Date	
The Swedish Patent Office PCT International Application	
Name of receiving Office and "PCT International Application"	
Applicant's or agent's file reference (if desired) (12 characters maximum) 0005 PCT	

Box No. I	TITLE OF INVENTION System for oxygen delignification of pulp made from lignocellulosic material	
Box No. II	APPLICANT	
Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)  Kvaerner Pulping AB Box 1033 S-651 15 KARLSTAD SWEDEN		<input type="checkbox"/> This person is also inventor.  Telephone No. +46 54 194600  Facsimile No. +46 54 142253  Teleprinter No.
State (that is, country) of nationality: SWEDEN		State (that is, country) of residence: SWEDEN
This person is applicant for the purposes of: <input type="checkbox"/> all designated States <input checked="" type="checkbox"/> all designated States except the United States of America <input type="checkbox"/> the United States of America only <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box		
Box No. III	FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)	
Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)  DAHLLÖF Håkan Torpstöd Samarkand S-660 52 EDSVALLA SWEDEN		This person is:  <input type="checkbox"/> applicant only <input checked="" type="checkbox"/> applicant and inventor <input type="checkbox"/> inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)
State (that is, country) of nationality: SWEDEN		State (that is, country) of residence: SWEDEN
This person is applicant for the purposes of: <input type="checkbox"/> all designated States <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America <input checked="" type="checkbox"/> the United States of America only <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box		
<input checked="" type="checkbox"/> Further applicants and/or (further) inventors are indicated on a continuation sheet.		
Box No. IV	AGENT OR COMMON REPRESENTATIVE; OR ADDRESS FOR CORRESPONDENCE	
The person identified below is hereby/has been appointed to act on behalf of the applicant(s) before the competent International Authorities as: <input checked="" type="checkbox"/> agent <input type="checkbox"/> common representative		
Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country.)  FURHEM Hans Kvaerner Pulping AB Box 1033 S-651 15 KARLSTAD SWEDEN		Telephone No. +46 54 194627  Facsimile No. +46 54 142253  Teleprinter No.
<input type="checkbox"/> Address for correspondence: Mark this check-box where no agent or common representative is/has been appointed and the space above is used instead to indicate a special address to which correspondence should be sent.		

Continuation of Box No. III <b>FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)</b>	
<i>If none of the following sub-boxes is used, this sheet should not be included in the request.</i>	
<p><small>Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)</small></p> <p><b>RAGNAR Martin</b>  <b>Malmtorgsgatan 1</b>  <b>S-653 40 KARLSTAD</b>  <b>SWEDEN</b></p>	<p>This person is:</p> <p><input type="checkbox"/> applicant only</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> applicant and inventor</p> <p><input type="checkbox"/> inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)</p>
State (that is, country) of nationality: <b>SWEDEN</b>	State (that is, country) of residence: <b>SWEDEN</b>
<p>This person is applicant for the purposes of:    <input type="checkbox"/> all designated States    <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America    <input checked="" type="checkbox"/> the United States of America only    <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box</p>	
<p><small>Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)</small></p>	<p>This person is:</p> <p><input type="checkbox"/> applicant only</p> <p><input type="checkbox"/> applicant and inventor</p> <p><input type="checkbox"/> inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)</p>
State (that is, country) of nationality:	State (that is, country) of residence:
<p>This person is applicant for the purposes of:    <input type="checkbox"/> all designated States    <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America    <input type="checkbox"/> the United States of America only    <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box</p>	
<p><small>Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)</small></p>	<p>This person is:</p> <p><input type="checkbox"/> applicant only</p> <p><input type="checkbox"/> applicant and inventor</p> <p><input type="checkbox"/> inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)</p>
State (that is, country) of nationality:	State (that is, country) of residence:
<p>This person is applicant for the purposes of:    <input type="checkbox"/> all designated States    <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America    <input type="checkbox"/> the United States of America only    <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box</p>	
<p><small>Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)</small></p>	<p>This person is:</p> <p><input type="checkbox"/> applicant only</p> <p><input type="checkbox"/> applicant and inventor</p> <p><input type="checkbox"/> inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)</p>
State (that is, country) of nationality:	State (that is, country) of residence:
<p>This person is applicant for the purposes of:    <input type="checkbox"/> all designated States    <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America    <input type="checkbox"/> the United States of America only    <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box</p>	
<p><input type="checkbox"/> Further applicants and/or (further) inventors are indicated on another continuation sheet.</p>	

**Box No.V DESIGNATION OF STATES**

The following designations are hereby made under Rule 4.9(a) (mark the applicable check-boxes; at least one must be marked):

**Regional Patent**

- ☒ **AP** ARIPO Patent: GH Ghana, GM Gambia, KE Kenya, LS Lesotho, MW Malawi, SD Sudan, SL Sierra Leone, SZ Swaziland, TZ United Republic of Tanzania, UG Uganda, ZW Zimbabwe, and any other State which is a Contracting State of the Harare Protocol and of the PCT
- ☒ **EA** Eurasian Patent: AM Armenia, AZ Azerbaijan, BY Belarus, KG Kyrgyzstan, KZ Kazakhstan, MD Republic of Moldova, RU Russian Federation, TJ Tajikistan, TM Turkmenistan, and any other State which is a Contracting State of the Eurasian Patent Convention and of the PCT
- ☒ **EP** European Patent: AT Austria, BE Belgium, CH and LI Switzerland and Liechtenstein, CY Cyprus, DE Germany, DK Denmark, ES Spain, FI Finland, FR France, GB United Kingdom, GR Greece, IE Ireland, IT Italy, LU Luxembourg, MC Monaco, NL Netherlands, PT Portugal, SE Sweden, and any other State which is a Contracting State of the European Patent Convention and of the PCT
- ☒ **OA** OAPI Patent: BF Burkina Faso, BJ Benin, CF Central African Republic, CG Congo, CI Côte d'Ivoire, CM Cameroon, GA Gabon, GN Guinea, GW Guinea-Bissau, ML Mali, MR Mauritania, NE Niger, SN Senegal, TD Chad, TG Togo, and any other State which is a member State of OAPI and a Contracting State of the PCT (if other kind of protection or treatment desired, specify on dotted line) .....

**National Patent** (if other kind of protection or treatment desired, specify on dotted line):

- |   |   |
|---|---|
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>AE</b> United Arab Emirates                  | <input checked="" type="checkbox"/> <b>LR</b> Liberia                                   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>AL</b> Albania                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>LS</b> Lesotho                                   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>AM</b> Armenia                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>LT</b> Lithuania                                 |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>AT</b> Austria                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>LU</b> Luxembourg                                |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>AU</b> Australia                             | <input checked="" type="checkbox"/> <b>LV</b> Latvia                                    |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>AZ</b> Azerbaijan                            | <input checked="" type="checkbox"/> <b>MA</b> Morocco                                   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>BA</b> Bosnia and Herzegovina                | <input checked="" type="checkbox"/> <b>MD</b> Republic of Moldova                       |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>BB</b> Barbados                              | <input checked="" type="checkbox"/> <b>MG</b> Madagascar                                |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>BG</b> Bulgaria                              | <input checked="" type="checkbox"/> <b>MK</b> The former Yugoslav Republic of Macedonia |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>BR</b> Brazil                                | <input checked="" type="checkbox"/> <b>MN</b> Mongolia                                  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>BY</b> Belarus                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>MW</b> Malawi                                    |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>CA</b> Canada                                | <input checked="" type="checkbox"/> <b>MX</b> Mexico                                    |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>CH and LI</b> Switzerland and Liechtenstein  | <input checked="" type="checkbox"/> <b>NO</b> Norway                                    |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>CN</b> China                                 | <input checked="" type="checkbox"/> <b>NZ</b> New Zealand                               |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>CR</b> Costa Rica                            | <input checked="" type="checkbox"/> <b>PL</b> Poland                                    |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>CU</b> Cuba                                  | <input checked="" type="checkbox"/> <b>PT</b> Portugal                                  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>CZ</b> Czech Republic                        | <input checked="" type="checkbox"/> <b>RO</b> Romania                                   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>DE</b> Germany                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>RU</b> Russian Federation                        |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>DK</b> Denmark                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>SD</b> Sudan                                     |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>DM</b> Dominica                              | <input checked="" type="checkbox"/> <b>SE</b> Sweden                                    |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>EE</b> Estonia                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>SG</b> Singapore                                 |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>ES</b> Spain                                 | <input checked="" type="checkbox"/> <b>SI</b> Slovenia                                  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>FI</b> Finland                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>SK</b> Slovakia                                  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>GB</b> United Kingdom                        | <input checked="" type="checkbox"/> <b>SL</b> Sierra Leone                              |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>GD</b> Grenada                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>TJ</b> Tajikistan                                |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>GE</b> Georgia                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>TM</b> Turkmenistan                              |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>GH</b> Ghana                                 | <input checked="" type="checkbox"/> <b>TR</b> Turkey                                    |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>GM</b> Gambia                                | <input checked="" type="checkbox"/> <b>TT</b> Trinidad and Tobago                       |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>HR</b> Croatia                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>TZ</b> United Republic of Tanzania               |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>HU</b> Hungary                               | <input checked="" type="checkbox"/> <b>UA</b> Ukraine                                   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>ID</b> Indonesia                             | <input checked="" type="checkbox"/> <b>UG</b> Uganda                                    |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>IL</b> Israel                                | <input checked="" type="checkbox"/> <b>US</b> United States of America                  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>IN</b> India                                 |   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>IS</b> Iceland                               |   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>JP</b> Japan                                 | <input checked="" type="checkbox"/> <b>UZ</b> Uzbekistan                                |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>KE</b> Kenya                                 | <input checked="" type="checkbox"/> <b>VN</b> Viet Nam                                  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>KG</b> Kyrgyzstan                            | <input checked="" type="checkbox"/> <b>YU</b> Yugoslavia                                |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>KP</b> Democratic People's Republic of Korea | <input checked="" type="checkbox"/> <b>ZA</b> South Africa                              |
|   | <input checked="" type="checkbox"/> <b>ZW</b> Zimbabwe                                  |

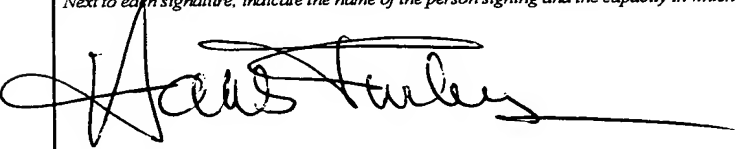
Check-boxes reserved for designating States which have become party to the PCT after issuance of this sheet:

- ☐ .....
- ☐ .....

**Precautionary Designation Statement:** In addition to the designations made above, the applicant also makes under Rule 4.9(b) all other designations which would be permitted under the PCT except any designation(s) indicated in the Supplemental Box as being excluded from the scope of this statement. The applicant declares that those additional designations are subject to confirmation and that any designation which is not confirmed before the expiration of 15 months from the priority date is to be regarded as withdrawn by the applicant at the expiration of that time limit. (Confirmation (including fees) must reach the receiving Office within the 15-month time limit.)

06-07-2000

Sheet No. 4

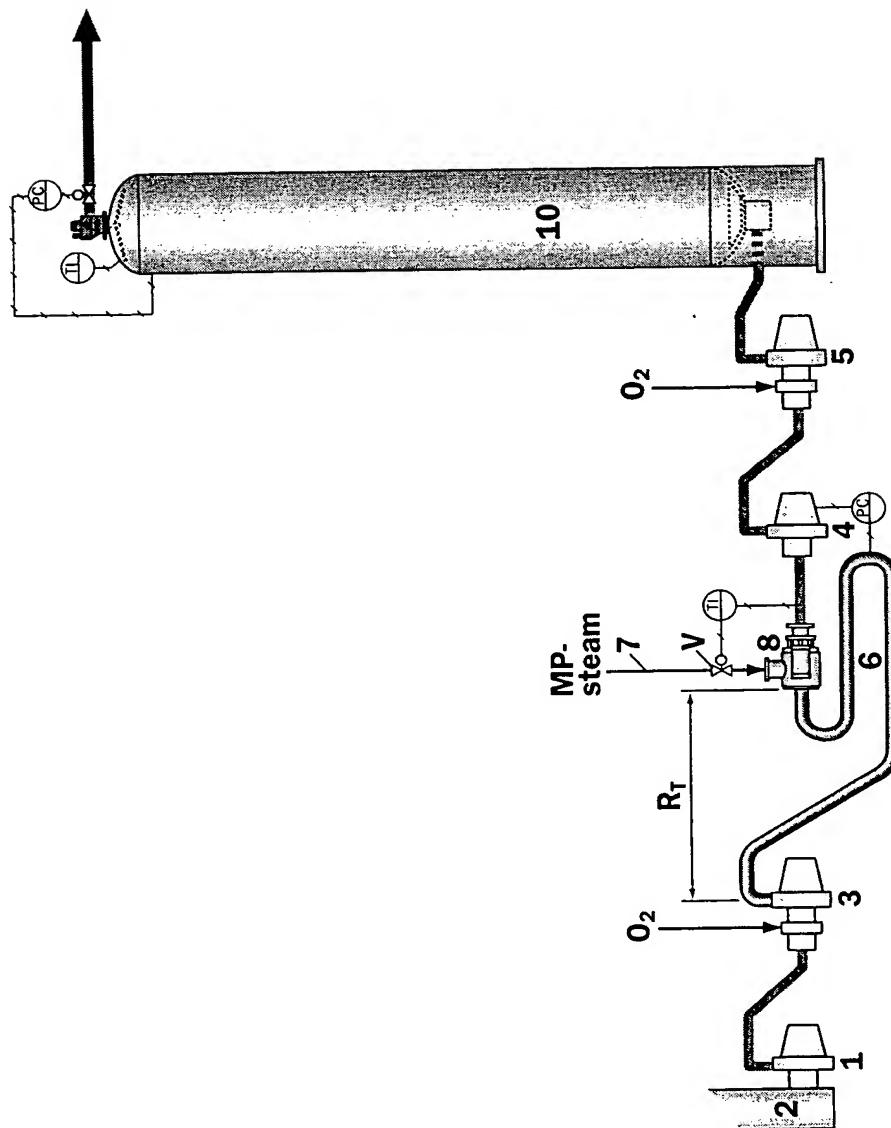
<b>Box No. VI PRIORITY CLAIM</b>		<input type="checkbox"/> Further priority claims are indicated in the Supplemental Box.		
Filing date of earlier application (day/month/year)	Number of earlier application	Where earlier application is:		
		national application: country	regional application:* regional Office	international application: receiving Office
item (1) 6 July 1999 (06.07.1999)	9902586-8	SWEDEN		
item (2)				
item (3)				
<input checked="" type="checkbox"/> The receiving Office is requested to prepare and transmit to the International Bureau a certified copy of the earlier application(s) (only if the earlier application was filed with the Office which for the purposes of the present international application is the receiving Office) identified above as item(s): (1)				
<small>* Where the earlier application is an ARIPO application, it is mandatory to indicate in the Supplemental Box at least one country party to the Paris Convention for the Protection of Industrial Property for which that earlier application was filed (Rule 4.10(b)(ii)). See Supplemental Box.</small>				
<b>Box No. VII INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY</b>				
<b>Choice of International Searching Authority (ISA)</b> (if two or more International Searching Authorities are competent to carry out the international search, indicate the Authority chosen; the two-letter code may be used):		<b>Request to use results of earlier search; reference to that search</b> (if an earlier search has been carried out by or requested from the International Searching Authority):		
ISA / SE		Date (day/month/year)	Number	Country (or regional Office)
<b>Box No. VIII CHECK LIST; LANGUAGE OF FILING</b>				
This international application contains the following number of sheets: request : 4 ✓ description (excluding sequence listing part) : 10 ✓ claims : 3 ✓ abstract : 1 ~ drawings : 3 ~ sequence listing part of description : Total number of sheets : 21 ~		This international application is accompanied by the item(s) marked below: 1. <input type="checkbox"/> fee calculation sheet 2. <input type="checkbox"/> separate signed power of attorney 3. <input checked="" type="checkbox"/> copy of general power of attorney; reference number, if any: 4. <input type="checkbox"/> statement explaining lack of signature 5. <input type="checkbox"/> priority document(s) identified in Box No. VI as item(s): 6. <input type="checkbox"/> translation of international application into (language): 7. <input type="checkbox"/> separate indications concerning deposited microorganism or other biological material 8. <input type="checkbox"/> nucleotide and/or amino acid sequence listing in computer readable form 9. <input type="checkbox"/> other (specify):		
Figure of the drawings which should accompany the abstract:		Language of filing of the international application: Swedish		
<b>Box No. IX SIGNATURE OF APPLICANT OR AGENT</b>				
Next to each signature, indicate the name of the person signing and the capacity in which the person signs (if such capacity is not obvious from reading the request).				
 Hans Furhem Kvaerner Pulping AB				

For receiving Office use only		2. Drawings:  <input checked="" type="checkbox"/> received:  <input type="checkbox"/> not received:
1. Date of actual receipt of the purported international application:	06-07-2000	
3. Corrected date of actual receipt due to later but timely received papers or drawings completing the purported international application:		
4. Date of timely receipt of the required corrections under PCT Article 11(2):		
5. International Searching Authority (if two or more are competent): ISA/SE	6. <input type="checkbox"/> Transmittal of search copy delayed until search fee is paid.	

For International Bureau use only	
Date of receipt of the record copy by the International Bureau:	04 AUGUST 2000 (04.08.00)

1/3

Fig1



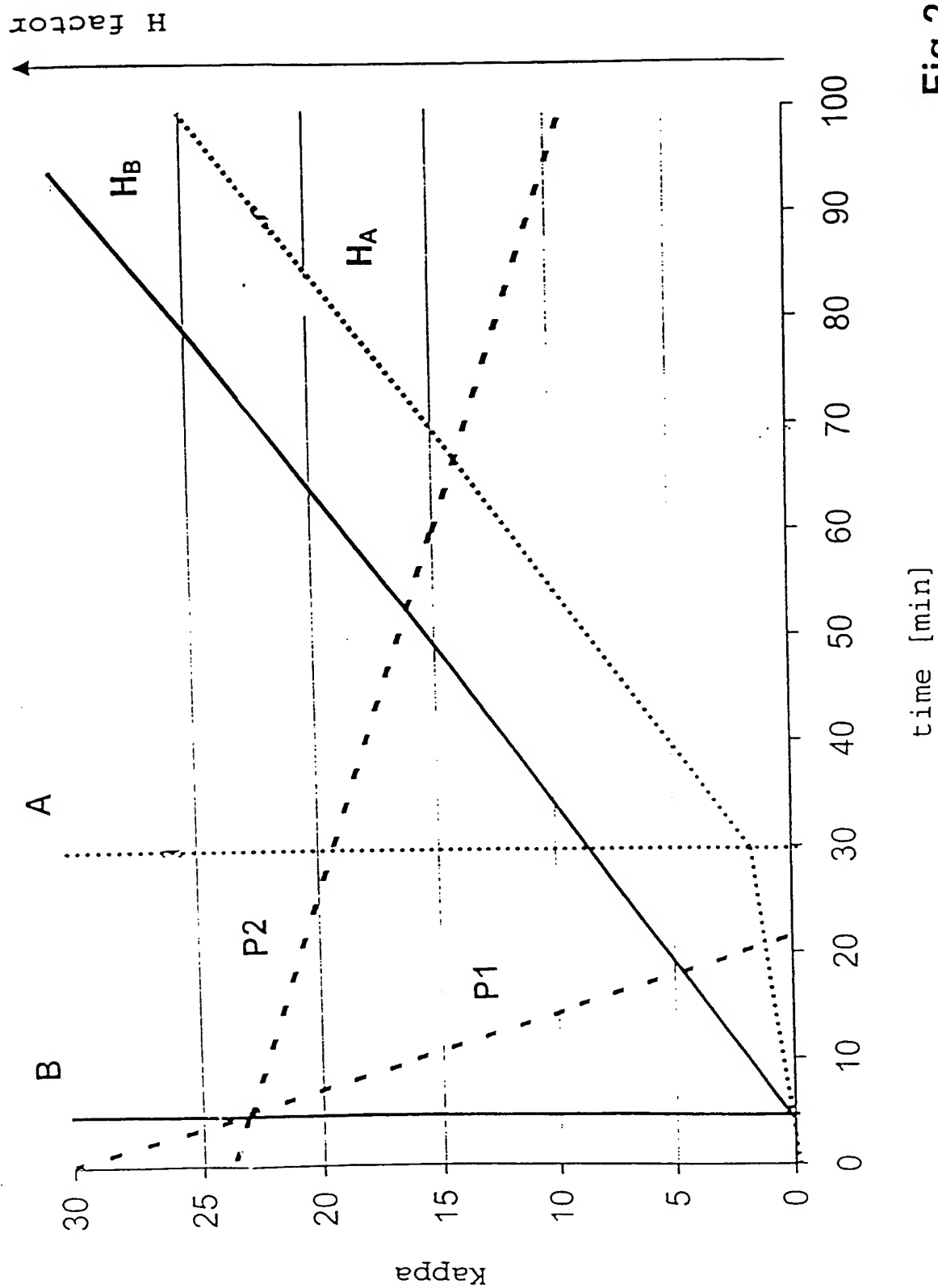


Fig.2

3/3

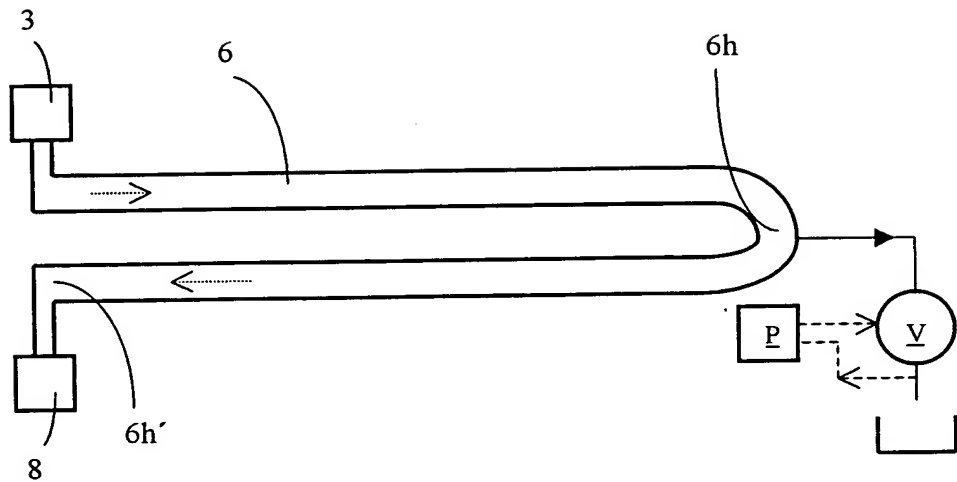


Fig. 3



GENERAL POWER OF ATTORNEY

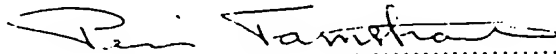
06 -07- 2000

DECLARATION

It is hereby declared that any of Hans Furhem, the manager of our patents and trademarks, or Lisbeth Jansson or Kerstin Ottersten Rinman, all employees of Kvaerner Pulping AB, are authorized independently to handle all matters and to appoint agents in all matters on behalf of Kvaerner Pulping AB, Box 1033, S-651 15 KARLSTAD, which according to decision of March 15, 1996 has changed its name from Kvaerner Pulping Technologies AB to Kvaerner Pulping AB, concerning the filing, prosecution and maintenance of patents, patent applications, trademarks and trademark applications.

Karlstad, November 3, 1998

KVAERNER PULPING AB



Per-Åke Färnstrand  
President

Witnessed:



Anette Johansson



Malin Sandström

## System för syrgasdelignifiering av massa av lignocellulosahaltigt material.

Föreliggande uppfinning avser ett system för syrgasdelignifiering i enlighet med ingressen till patentkravet 1.

5

### Teknikens standpunkt

Ett flertal olika förfaranden för syrgasdelignifiering är kända.

10 Genom US,A,4.259.150 visas ett system med flerstegs syrgasblekning där man i varje steg först blandar upp massan till lägre konsistens med O<sub>2</sub>, vatten samt NaOH, följt av en förtjockning tillbaka till den konsistensnivå som massan hade till det aktuella steget. Syftet är att få en ekonomisk klorfri blekning med högt utbyte. Samtidigt kan kappatalet genom upprepade steg sänkas från 70 ner till 15, eller till och med under 15.

15 Genom SE,C,467.582 visas ett förbättrat system för syrgasblekning av massa av medelkonsistens. Genom en optimerad temperaturkontroll sker en syrgasblekning i en första delignifieringszon med låg temperatur följt av en andra delignifieringszon med 20-40 graders högre temperatur. Syftet var att erhålla ett förbättrat utbyte och en förbättrad viskositet under bibehållen uppehållstid vid industriell tillämpning.

20 Utöver SE,C,467.582 har även andra varianter på syrgasdelignifiering i två steg patenterats. I SE,C,505.147 visas ett förfarande där massan i det första steget skall ha hög massakoncentration i området 25-40%, och i det andra steget 8-16%, samtidigt som temperaturen i det andra steget skall vara högre eller lika med temperaturen i det första steget, i linje med den temperaturskillnad som anvisas i SE,C,467.582. Fördelarna med 25 lösningen enligt SE,C,505.147 anges vara möjligheter att blanda in mer syrgas i det första högkonsistensteget utan risk för kanalbildning, men där samtidigt icke utnyttjade syrgasmängder kan blödas av efter första steget för vidare inmixning i en andra mixer före det andra steget.

I SE,C,505.141 visas ytterligare ett förfarande, vilket är ett försök att kringgå 30 SE,C,467.582, då det patentsökta anges vara att temperaturskillnaden mellan stegen ej överstiger 20 grader, dvs. den undre lämpliga temperaturskillnaden patenterad i

SE,C,467.582, men att temperaturskillnad ändå skall förefinnas. Därutöver anges att a) trycket skall vara högre i det första steget och b) att uppehållstiden är kort i första steget, i storleksordningen 10-30 minuter, samt c) uppehållstid i det andra steget längre, i storleksordningen 45-180 minuter.

5

Genom ett föredrag benämnt "*Two stage MC-oxygen delignification process and operating experience*" på 1992 Pan-Pacific Pulp & Paper Technology Conference('99 PAN-PAC PPTC), Sept. 8-10, Sheraton Grande Tokyo Bay Hotel & Towers, hållet av Shinichiro Kondo från Technical Div. Technical Dept. OJI PAPER CO. Ltd, visas en lyckosam installation utförd 1986 med tvåstegs syrgasdelignifiering i en anläggning i Tomakomai.

10 I denna OJI PAPER-anläggning i Tomakomai matades massan med ett tryck på 10 bar till en första syrgasmixer(+ ånga) följt av efterbehandling i en "pre retention tube" (förreaktor) med 10 minuters uppehållstid där massatrycket reduceras till en nivå runt 15 8-6 bar p.g.a. rörförluster etc. Därefter matades massan till en andra syrgasmixer följt av efterbehandling i en reaktor vid trycket 5-2 bar samt uppehållstid 60 minuter. Här angavs att man helst hade velat ha en "pre retention tube" som skulle gett en uppehållstid om 20 minuter, men att det inte kunnat utföras på grund av utrymmesbrist. OJI PAPER angav att de genom denna installation lyckats med ökad kappareduktion till 20 minskad kemikaliekostnad samt förbättrad massaviskositet.

Huvuddelen av den kända tekniken har således varit inriktad på ett högre tryck i den första reaktorn på en nivå runt 6(8)-10 bar. I vissa extrema applikationer har till och med ett tryck i den första reaktorn på upp till 20 bar diskuterats. Detta medför att de 25 reaktorutrymmen som erfordras för den första delignifieringszonen måste tillverkas för att klara av dessa höga trycknivåer med åtföljande behov av kraftig godstjocklek och/eller goda materialkvalitéer, vilket medför en dyr installation.

Konventionellt implementeras dessa reaktorer som upprättstående kärl, antingen med uppströms eller nedströmsflöde av massan genom reaktorn. Ett problem är då att 30 olikformiga reaktionsbetingelser uppträder genom reaktorn, då trycket förändras under processen. Vid en användning av en vertikal reaktor med en höjd av 10 meter så

erhålles en skillnad i tryck enbart på grund av det hydrostatiska effekten på 1 bar. Delignifieringsprocessen kan därigenom inte optimeras lika bra med avseende på trycket.

5 I massasuspensioner vid industriella framställningsprocesser finns det stora mängder med lätt oxiderbara beståndsdelar/strukturer vilka reagerar redan vid modesta processbetingelser. Det är därför fördelaktigt att man i ett första steg satsar syrgas i sådana mängder att denna relativt lättoxiderade del av massan tillåtes oxidera/reagera först. Stora problem uppstår om man försöker kompensera detta genom översatsning av syrgas, då kanaliseringproblematiken (såsom anges i den nämnda SE,C,505.147) är  
10 överhängande.

#### Ändamålet med uppfinningen

Ett ändamål med uppfinningen är att undvika nackdelarna med den kända tekniken samt att erhålla en syrgasdelignifiering med ökad selektivitet. Uppfinningen medger en  
15 optimal praktisk tillämpning av teorierna om en första snabb fas och en andra långsammare fas under syrgasdelignifieringsprocessen, där de optimala reaktionsbetingelserna är skiljaktiga mellan faserna.

Vid de konventionellt tillämpade höga hydroxidjonkoncentrationerna och höga syrgaspartialtrycken i det första steget attackeras kolhydraterna mer än nödvändigt  
20 vilket försämrar massakvaliteten. Ett lägre syrgaspartialtryck, och företrädesvis även lägre temperatur, i det första steget än i det andra steget minskar reaktionshastigheten för nedbrytning av kolhydrater mer än det minskar reaktionshastigheten för delignifieringen, vilket leder till ökad total selektivitet på massan efter de två stegen.

25 Ytterligare ett ändamål är att medge en enklare och billigare processinstallation, där åtminstone ett tryckkärl i en första delignifieringszon kan tillverkas med klenare gods och/eller med lägre materialkvalitet anpassat för en lägre tryckklass.

30 Ännu ett ändamål är att medge en ytterligare enklare och billigare processinstallation, där den första massabefordrande pumpen kan vara av enkelt slag, dimensionerad endast för att transportera massan genom den första delignifieringszonen. Processinstallationen

kan göras även i delignifieringsanläggningar där stationerna för syrgassatsning ligger mycket nära varandra. Normalt försöker man hålla stationer för syrgassatsning och kemikaliesatsning inom ett begränsat område för att begränsa arbetsmiljöproblem och utsläppsrisker.

5

Ytterligare ännu ett ändamål är att möjliggöra användning även av ånga med måttligt tryck, speciellt när man behöver höja temperaturen mycket mellan första och andra steget, och där det andra steget håller ett relativt första steget betydligt högre tryck.

10 Detta möjliggör ombyggnationer av befintliga enkärns delignifieringssystem där man med tidigare känd teknik för ombyggnad till tvåstegsutförande varit begränsad av att det rådande trycket på anläggningens ångnät inte medgivit att tillräckligt stor mängd ånga kunnat blandas in i massan för att nå önskvärd temperatur i det andra delignifieringssteget.

15 Ännu ett ändamål är att optimera mixningsprocessen i respektive position så att endast den mängd syrgas tillsättes, vilken åtgår i den efterföljande delignifieringszonen. Härigenom kan man undvara blödningsystem för överskjutande mängder av syrgas samtidigt som man kan reducera den totala åtgången av syrgas, vilket reducerar driftkostnaderna för operatören av fiberlinjen och sålunda kortar ner pay-off tiden.

20

Ännu ett ändamål är att i ett syrgasdelignifieringssystem med viss sammanlagd volym av det första och andra steget, höja en så kallad H-faktor, genom att det första steget körs en kort tid vid låg temperatur och det andra steget vid en längre tid vid högre temperatur. Vid exempelvis ombyggnationer av befintliga enkärns

25 syrgasdelignifieringssteg så kan en enkel ombyggnad med en liten förreaktor och modest höjning av reaktionstemperaturen i den befintliga reaktorn höja H-faktorn och samtidigt förbättras selektiviteten över syrgasstegen.

30 Uppfinningen beskrivs närmare med hänvisning till figurer enligt följande figurförteckning.

### Figurförteckning

- Figur 1; visar ett system för syrgasdelignifiering i två steg enligt uppfinningen; OCH  
Figur 2; visar schematiskt syrgasdelignifieringens kinetik samt vilka fördelar som  
erhålles relativt känd teknik vad avser kappatalsreduktion samt höjd H-faktor,  
5 Figur 3, visar en fördelaktig utföringsform med en U-formadt första reaktionssteg  
mellan den första agiterande mixern och efterföljande statisk mixer.

### Beskrivning av utföringsexempel

- I figur 1 visas en uppfinningsenlig installation av ett system i en befintlig anläggning  
10 där syrgasdelignifieringsprocessen krävde en uppgradering.  
En befintlig första MC-pump 1 (MC=Medium Consistency, typiskt 8-18%  
massakonsistens) är ansluten till ett fallrör 2 för vidare befordran till en befintlig första  
MC-mixer 3. I den första MC-mixern 3 sker en inblandning av kemikalier, främst  
syrgas, varefter i det befintliga systemet massan matades till en syrgasreaktor 10.  
15 Den första mixern 3 är en så kallad dynamisk mixer, där en motordriven rotor agiterar  
massan i åtminstone en trång fluidiseringspalt. Den dynamiska mixern är företrädesvis  
en mixertyp motsvarande den som visas i US433920, där en första cylindrisk  
fluidiseringszon bildas mellan rotor och hus och en andra fluidiseringszon bildas mellan  
en radiellt riktad rotordel och huset, vilken mixer härmed är införd som referens. En  
20 mekanisk agitation erfodras för att få en jämn inblandning av aktuell kemikaliesatsning  
i hela massasuspensionen, i syfte att massan skall blekas/behandlas jämt genom hela  
massavolymen.  
Kombinationen av en första MC-pump 1 tätt följt av en MC-mixer 3 kan benämnas  
"perfect pair". Detta då pumpen primärt ger en viss trycksättning av massflödet vilket  
25 underlättar en finfördelad tillförsel av syrgasen i den direkt därefter följande MC-  
mixern.

- I enlighet med uppfinningen erhålles en uppgradering av syrgasdelignifieringsprocessen  
genom att införa en första delignifieringszon 6 följt av en icke roterande/mechaniskt  
30 agiterande mixer 8 för temperaturhöjning genom tillsats av ånga följt av en andra MC-  
pump 4 samt en omedelbart därefter verkande andra MC-mixer 5.

Den statiska mixern 8 är företrädesvis av en konstruktion som visats i SE,C,512.192(=PCT/SE00/00137), där ånga leds in som tunna strålar/"jets" genom ett flertal hål jämt fördelade över omkretsen på ett massabefodrande rör, vilken mixer härmed är införd som referens.

- 5 Systemet sammanbygges så att sammankopplingsröret 6 bildar en första delignifieringszon mellan den första MC-mixerns utlopp och den icke roterande mixerns inlopp vilken zon medför en uppehållstid  $R_T$  om 2-20 minuter, företrädesvis 2-10 minuter och än mer fördelaktigt 3-6 minuter.
- Den andra MC-pumpen 4 regleras så att det resulterande trycket i delignifieringszonen 10 6 företrädesvis ligger i intervallet 0-8 bar, företrädesvis 2-8 bar och än mer fördelaktigt 3-6 bar. Företrädesvis regleras den andra pumpen 4 genom en varvtalsreglering av ett reglersystem PC i beroende av i den första delignifieringszonen 6 rådande och detekterade trycket. Denna första delignifieringszon skall ha en i huvudsak horisontell utsträckning. Lämpligen kan sammankopplingsröret dras i form av en U-formad slinga, 15 där slingans högsta punkt utgörs av botten på U:et och där höjden i förhållande till slingans anslutningspunkter bestäms på ett sådant sätt att gasen ansamlas i botten på U:et, företrädesvis mindre än 0,5 m och än mer fördelaktigt mindre än 0,1 m över den av anslutningspunkter som är högst belägen, där medel för avskiljning av gasen lämpligen finns. Anslutningen av slingan mot respektive mixer göres så att dessa 20 hamnar på väsentligen samma höjd, minst mindre än 2 meters höjdskillnad, lämpligen mindre än 1.0 m höjdskillnad och företrädesvis mindre än 0,1 m. Därigenom erhålles en kontrollerad tryckprofil i hela delignifieringszonen vilket ytterligare förbättrar förutsättningarna för att utnyttja syrgasdelignifieringens kinetik på ett optimalt sätt och därmed erhålla en selektiv syrgasdelignifiering,
- 25 Temperaturen i den första delignifieringszonen kan hållas låg, företrädesvis på den nivå som systemet medger utan tillsättning av ånga, dock företrädesvis en ingående temperatur på massan till den första delignifieringszonen runt 85 °C, +/- 10 °C.

- 30 Efter den första delignifieringszonen ansluter den icke roterande mixern 8 samt den andra MC-pumpen 4 följt av den andra MC-mixern 5. Denna andra "perfect pair"-kombination regleras så att det resulterande trycket i syrgasreaktorn 10, vilken bildar en

andra delignifieringszon, når en nivå om minst 3 bars övertryck i toppen på reaktorn. Trycket i den andra MC-mixern skall vara minst 4 bar högre relativt trycket i den första MC-mixern, alternativt att tryckhöjningen i den andra pumpen når 4 bar. Vid praktisk tillämpning i konventionella syrgassteg erhåller ett initialtryck inom intervallet 8-12  
5 bar, motsvarande trycket vid reaktorns inlopp.

I enlighet med uppfinningen ökas temperaturen på massan i den andra delignifieringszonen genom att tillföra ånga direkt efter den första delignifieringszonen i den icke roterande mixern, och innan den tryckhöjande pumpen 4 tar vid.  
10 Ångtillförseln regleras lämpligen med ett reglersystem TC innefattande en reglerventil V på ledningen 7 för ångtillförseln samt en återkopplande temperaturmätning på den från mixern utgående massan. Temperaturen höjs lämpligen till en nivå om 100 °C +/- 10 °C, dock företrädesvis minst 5 °C högre än temperaturen i den första delignifieringszonen. Genom att ångtillförseln utföres innan massan ges det högre  
15 trycket vilket är nödvändigt för slutfasen av delignifieringen:

- kan högre temperatur erhållas
- krävs lägre tryck på tillgänglig ånga
- behöver ej mixrarna för syrgasinblandningen belastas med tillförsel även av ånga, vilket reducerar blandarnas effektivitet.

20

Volymen på den andra delignifieringszonen, d.v.s. andra reaktorn, utformas lämpligen så att den är åtminstone 10 gånger större än volymen i den första delignifieringszonen, d.v.s. minst 20-200 minuter, företrädesvis 20-100 minuter och än mer fördelaktigt i området 50-90 minuter.

25

I figur 2 visas schematiskt syrgasdelignifieringens kinetik samt vilka fördelar som erhålles relativt känd teknik vad avser principerna för kappatalsreduktion.

Med kurva P1 redovisas ett principiellt reaktionsförlopp under delignifieringens initialfas. Denna del av delignifieringen går relativt snabbt och har väsentligen

30

fullbordats typiskt efter drygt 20 minuter.

Efter en kortare tid, typiskt bara 5-10 minuter, tar dock delignifieringens slutfas P2 över



och börjar dominera vad avser den på massan resulterande delignifieringen.

Vid strecket A visas en typisk indelning av delignifieringen i två steg enligt känd teknik, med steg 1 till vänster om strecket A samt steg 2 till höger om strecket A. Härav framgår att i steg 1 sker egentligen två olika dominerande processer, dels

5 delignifieringens initialfas men även dess slutfas. Av detta kan man dra slutsatsen att det blir omöjligt att optimera processbetingelserna i steg 1 för båda dessa delignifieringsfaser.

Vid strecket B visas istället en indelning av delignifieringen i två steg i enlighet med uppfinningen, där steg 1 till vänster om strecket B samt steg 2 till höger om strecket B.

10 Härigenom kan man optimera respektive steg för den i steget dominerande processen. Kurvan  $H_A$  visar typiskt den temperaturintegral med avseende på tid (H-faktor) som erhålles vid tillämpning av en delignifieringsprocess i två steg enligt känd teknik motsvarande strecket A.

Som framgår av figuren kan man erhålla en relativt sett högre H-faktor med den  
15 uppfinningsenliga stegindelningen jämfört med den i dagens installationer typiska. Detta kan göras utan avkall på krav på hög selektivitet över syrgasdelignifierings-systemet.

I figur 3 visas den mest fördelaktiga utföringsformen av det första reaktionssteget 6, där  
20 detta reaktionssteg är sett uppiifrån i figur 1 och en U-formad rörslingan bildar hela reaktionssteget. Med den U-formade dragningen kan lägsta möjliga strömningsmotsånd /tryckfall erhållas, samtidigt som rörslingan kan läggas väsentligen i samma horisontalplan. I vissa installationer kan det finnas risk för gasseparering under transporten i rörslingan, varför denna kan installeras med en högsta punkt 6h eller 6h'  
25 någonstans på rörslingan. I anslutning till sådan högsta punkt, där gaserna tenderar att ansamlas, så kan en anordning för avdragning av ansamlad gas anordnas. I figuren visas en ventil V vilken kan öppnas och dränera av ansamlad gas. Ventilen kan styras med en reglerutrustning vilken öppnar ventilen i beroende av någon lämplig processparameter, exvis drifttid, flöde etc, och stängas av när det detekteras om massafibrer finns i flödet  
30 genom ventilen. I figuren visas rörslingan med väsentligen samma rördimension i hela rördragningen, men själva anslutningarna från mixrarna 3 respektive 8 kan ha en

mindre rördimension än själva rörslingan i reaktionssteget.

Alternativt så kan areareduktionen i samband med utloppet från rörböjen till mixern 8 användas för att generera en hastighetsökning på massan och således inducera en ejektor verkan på ansamlad gas när högsta punkten 6h' ligger vid utloppet.

5

Uppfinningen öppnar även vägar för att med en liten investering uppgradera ett befintligt relativt sett lågselektivt 1-stegsförfarande till ett 2-stegssystem med bättre selektivitet, detta utan att behöva bygga en eller t.o.m. två nya stora reaktorer. Enligt uppfinningen klaras initialfasen av syrgasdelignifieringen av i förreaktorn varefter  
10 temperaturen i den befintliga reaktorn om så behövs t.o.m. kan höjas vid ombyggnad och en förhöjd H-faktor på detta vis kan kombineras med förhöjd selektivitet.

Uppfinningen kan modifieras på ett flertal sätt inom ramen för uppfinningstanken.

Exempelvis så kan den första delignifieringszonen bestå av en S-formad eller W-

15

formad rördragning.

Ytterligare delignifieringszoner eller mellanliggande tvättning/lakning eller extraktion av massan kan införas mellan den uppfinningsenliga första och andra delignifieringszonen. Exempelvis kan en tredje "perfect pair"-kombination, d.v.s. pump med efterföljande mixer, anordnas mellan zonerna. Det väsentliga är att den första  
20 delignifieringszonen ges ett lägre tryck, kort uppehållstid samt måttlig temperatur, och där den avslutande sista delignifieringszonen ges ett högre tryck (minst 4 bar högre tryck än första zonen), längre uppehållstid (minst 10 gånger längre tid än första zonen) samt förhöjd temperatur (företrädesvis minst 5 grader högre temperatur än den första zonen).

25

Eventuellt skulle en första mixer eller en mellanliggande mixer i en tredje "perfect pair"-kombination kunna satsas med syrgas som, åtminstone till viss del, blåses av från reaktorn 10. De ekonomiska förutsättningarna för en sådan återvinning av syrgas är dåliga, då kostnaden för syrgas är relativt låg.

30

För att säkerställa optimala processbetingelser så kan endera, företrädesvis den andra eller båda av MC-pumparna vara varvtalsreglerade i beroende av trycket i den första

delignifieringszonen.

- Uppfinningen kan även modifieras med ett antal olika tillkommande tillsättningar av kemikalier valda och anpassade till den specifika fiberlinjen och aktuell massakvalitet,
- 5 såsom
- skyddsmedel för cellulosa, exempelvis  $\text{MgSO}_4$ , eller andra alkaliska jordartsmetall-joner eller föreningar därav;
  - komplexbildartillsatser före syrgastillsättning med en eventuell åtföljande avskiljning av utfällda metaller;
- 10 -klordioxid;
- väteperoxid eller organiska eller oorganiska persyror eller salter därav;
  - radikalfångare, såsom alkoholer, ketoner, aldehyder eller organiska syror; samt
  - koldioxid eller andra tillsatser.
- 15 Eventuellt skulle även en avluftning av avgaser(restgaser) kunna ske i omedelbar anslutning till den andra pumpen, företrädesvis genom att pumpen är försedd med intern avluftning, företrädesvis en pump benämnd "degassing pump".

## PATENTKRAV

1. System för syrgasdelignifiering av massa av lignocellulosahaltigt material vid medelkoncentration 8-18% på massan , vilken syrgasdelignifiering sker i
- 5 -åtminstone två reaktionssteg (6 respektive 10)
- med ett första tillsatsmedel (1,3) för satsning av kemikalier, främst syrgas, i en första position före första reaktionssteget (6) och
- ett andra tillsatsmedel (8,4,5) för satsning av av kemikalier, främst syrgas, i en andra position efter det första steget och före det andra steget,
- 10 -där det första reaktionssteget utgöres av en reaktor (6) med en volym som medför en uppehållstid om 2-20 minuter, företrädesvis 2-10 minuter och än mer fördelaktigt 3-6 minuter, samt
- där den andra reaktorn (10) har en volym som är minst 10 gånger större än volymen i det första reaktionssteget, dvs minst 20-200 minuter, företrädesvis 20-100 minuter och
- 15 än mer fördelaktigt i området 50-90 minuter
- k ä n n e t e c k n a t av att
- det första reaktionssteget utgöres av en rörslinga mellan det första och andra tillsatsmedlet
- rörslingan är anordnad liggandes väsentligen i samma horistontalplan
- 20
2. System för syrgasdelignifiering enligt krav 1 k ä n n e t e c k n a t av att avståndet mellan det första och andra tillsatsmedlet är kortare än längden på rörslingan.
- 25 3. System för syrgasdelignifiering enligt krav 2 k ä n n e t e c k n a t av att längden på rörslingan är minst 20 meter, företrädesvis i området 40 meter +/- 10 meter, och att avståndet mellan det första och andra tillsatsmedlet är minst 10 meter kortare än rörslingans längd.
- 30 4. System för syrgasdelignifiering enligt krav 2 eller 3 k ä n n e t e c k n a t av att rörslingan är dragen i horistontalplanet i en U-formad böj.

5. System för syrgasdelignifiering enligt krav 4 k ä n n e t e c k n a t av att den U-formade rørslingans högsta punkt (6h) är belägen i botten på U-et.
- 5 6. System för syrgasdelignifiering enligt krav 4 k ä n n e t e c k n a t av att den U-formade rørslingans högsta punkt (6h') är belägen i den nedströmsbelägna, sett i massaströmningsriktningen, änden av U-et.
- 10 7. System för syrgasdelignifiering enligt krav 1, 5 eller 6, k ä n n e t e c k n a t av att rørslingan är belägen i allt väsentligt i samma horistontalplan, och där höjdskillnaden mellan rørslingans lägsta samt högsta punkt understiger 2 meter, företrädesvis understiger 0,2-1 meter, samt att medel för avluftning (P,V) är anordnat i denna högsta punkt på rördragningen.
- 15 8. System för syrgasdelignifiering enligt krav 7, k ä n n e t e c k n a t av att medlet för avluftning innefattar en reglerbar avluftningsventil (V), från vilken ansamlad luft eller restgaser kan dras bort från rørslingan vid behov, antingen manuellt eller eller via ett reglersystem (P) i beroende av någon processparameter.
- 20 9. System för syrgasdelignifiering enligt krav 7 eller 8, k ä n n e t e c k n a t av att medlet för avluftning innefattar en lokal areareduktion på rördragningen, vilken areareduktion ger massan en lokalt ökad strömningshastighet i syfte att genom ejektorverkan dra med ansamlad luft i massaflödet.
- 25 10. System för syrgasdelignifiering enligt något av föregående krav k ä n n e t e c k n a t av att det första tillsatsmedelet för satsning av kemikalier, främst syrgas, i en första position före första reaktionssteget innefattar
- en första pump (1) anordnad att pumpa massan till en första mixer (3) vilken första mixer är anordnad i nära anslutning till den första pumpen,
- 30 samt att första mixern är en mixer med mekanisk agitation, där massan åtminstone delvis fluidiseras i spalter i mixern.

11. System för syrgasdelignifiering enligt något av föregående krav

k ä n n e t e c k n a t av att det andra tillsatsmedelet för satsning av kemikalier, främst syrgas, i en andra position efter det första reaktionssteget och före det andra reaktionssteget, innefattar,

5

- en andra mixer (8) med medel för satsning av ånga är anordnad att mottaga massa från den första delignifieringszonen, samt där den andra mixern är en statisk mixer utan mekanisk agitation.
- en andra pump (4) anordnad att mottaga massa efter den andra mixern,
- 10 - en tredje mixer (5) med medel för satsning av kemikalier, främst syrgas, anordnad i nära anslutning till den andra pumpen, samt där denna tredje mixern är en mixer med mekanisk agitation, där massan åtminstone delvis fluidiseras i spalter i mixern

15

12. System för syrgasdelignifiering enligt något av föregående krav

k ä n n e t e c k n a t av

- att systemet är så avpassat på så sätt att trycket i första reaktionssteget i allt väsentligen är konstant genom hela reaktionssteget och uppgår till ett tryck inom intervallet 0-6 bar, företrädesvis 0-4 bar,
- 20 - att den andra pumpen (4) har en pumpeffekt så att trycket i den andra delignifieringszonen, når en nivå om minst 3 bars övertryck i toppen på i den andra delignifieringszonen.

## SAMMANDRAG

Uppfinningen avser ett system för syrgasdelignifiering av massa av lignocellulosahaltigt material vid medelkoncentration på massan vid 8-18% massakonsistens, i åtminstone två rekationssteg.

Uppfinningen utmärkes av att syrgasdelignifiering sker i ett första reaktionssteg där ett väsentligen konstant och lågt tryck råder under hela delignifieringsprocessen, varefter det andra delignifieringssteget tar vid med väsentligen högre tryck och temperatur samt längre uppehållstid.

Genom uppfinningen så erhålles en optimerad första fas av delignifieringen där de i massan lätt delignifierbara beståndsdelarna kan reagera utan att massan påverkas negativt. En process för delignifiering erhålles därvid där en mycket högre selektivitet erhålles och sålunda ett bättre utbyte.

(Fig.1)



8006701

Till

KUNGL PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET

Box 5055

102 42 STOCKHOLM

D21C 7/147.1

128.82645N

25 SEP - 25023

80067010 \*\*\*\*\*600:00

Ink. t. Patentverket

25 SEP 25024

\*\*\*\*\*20:00

1980 -09- 2.5

ANSÖKAN OM  
SVENSKT PATENT

UPPFINNINGENS BENÄMNING	Sätt att behandla cellulosahaltigt material
SÖKANDE (namn, hemvist och adress. Om ombud saknas anges även telefonnummer. Sökes patent av flera gemensamt, uppgift om någon av dem är ut- sedd att för alla mottaga medde- landen från patentverket)	SCA DEVELOPMENT AKTIEBOLAG  851 88 SUNDSVALL
UPPFINNARE (namn och adress)	
OMBUD (namn, hemvist, adress och telefonnummer)	A <input type="checkbox"/> Undertecknad sökande befullmäktigat härmed nedanstående upptagna svenska ombud att företräda mig i allt som rör denna patentansökning och i allt som rör det eventuellt beviljade patentet.  B <input checked="" type="checkbox"/> Sökande befullmäktigat nedanstående upptagna svenska ombud genom separat fullmakt. Civilingenjör Leif-Otto Illum Svenska Cellulosa Aktiebolaget Kungsgatan 36 111 35 STOCKHOLM  Vår ref: Case 3230
BEGÄRAN OM PRIORITET (datum, land och ansöknings- nummer)	
VID AVDELAD ELLER UTBRUTEN ANSÖK- NING	Stamansökningens nummer: .....  Begärd löpdag: .....

## BILAGOR

- ☒ Beskrivning, patentkrav och  
sammandrag i tre exemplar  
☒ 6 ritningar i 3 exemplar  
☐ Överlåtelsehandling  
☒ Fullmakt

## AVGIFT

- ☒ Grundavgift: 600 kronor  
☐ Tilläggsavgift, 100 kronor för  
varje patentkrav utöver tio: ..... kronor  
☒ Abonnemangsavgift 80 kronor

Stockholm den 24 september 1980

Ort, datum

SCA DEVELOPMENT AKTIEBOLAG

gm

Underskrift Leif-Otto Illum



SCA DEVEL NT AKTIEBOLAG, Sundsvall  
Sätt att behandla cellulosahaltigt material

1980 -09- 25

Föreliggande uppfinning avser ett sätt vid oxygenblekning av cellulosahaltigt material. Närmare bestämt avser uppfinningen ett sätt att förstärka den konventionella oxygenblekningen vid hög massa-koncentration, d v s en koncentration över ca 20%, s k HC-teknik.

5 Under 1970-tolet har oxygenblekning i alkalisk miljö av sulfat-massa introducerats i industriell skala för att ersätta en betydande del av den s k förblekningen (innehållande den huvudsakliga ligninut-lösningen i blekningen) och därigenom reducera utsläpp till vatten och miljöpåverkan från blekning.

10 HC oxygenblekning är nu en ung, men industriellt relativt väl etablerad teknik, som har givit de främsta bidragen, när det gäller reduktion av blekeriutsläpp, vilka betraktas som ett av de största kvarvarande yttre miljöproblemen för dagens moderna massafabriker. Selektiviteten och därmed möjligheten att driva oxygenblekningen  
15 långt och kraftigt reducera utsläppen, har dock inte helt uppfyllt förväntningarna. Föreliggande uppfinning avser att utveckla detta bleksystem mot en bättre selektivitet. Men man måste samtidigt komma ihåg att oxygenblekerisystemet redan i nuvarande utformning kräver en mycket kraftig investering och att en väsentlig ytterligare  
20 ökning av investeringskostnaden knappast kommer att accepteras.

Som ett alternativ till HC oxygenblekning har under 70-talet utarbetats teknik för oxygenblekning vid mediumkoncentration, ca 10% massakoncentration eller något därutöver, s k MC oxygenblekning, som har provats i laboratoriet och i halvteknisk skala och nu håller på  
25 att introduceras industriellt. Denna teknik innebär en inblandning av oxygenet i en alkalisk massasuspension genom finfördelning av gasen för erhållandet av ett skum med stor fasgränsyta mellan gas och vätskesuspension. Tekniken påstås ge en något bättre selektivitet, men det är tveksamt om den investeringsmässigt ger några väsent-  
30 liga fördelar.

Även andra utföringsformer för oxygenblekning har föreslagits, exempelvis blekning vid låg massakoncentration resp blekning i flera steg, men de tycks alla vid de förutsättningar, som gäller för kvalificerad MC oxygenblekning, inte vara industriellt tillämpbara på  
35 grund av att de då blir komplicerade eller dyrbara i drift.

När man idag skall välja system för oxygenblekning till en fabrik har man sålunda att välja mellan MC oxygenblekning, som kan ge en bättre selektivitet, men som är ett oskrivet blad industriellt och därför kan ha hittills okända nackdelar i industriell skala, och HC oxygenblekning, som är väl etablerad industriellt, men har något sämre selektivitet. Självklart lockar den bättre selektiviteten hos MC oxygenblekningstekniken, men normalt har man inte utrymme för särskilt stort risktagande i en massafabrik och tvingas då välja den etablerade HC oxygenblekningstekniken.

- 10 Ett problem vid HC-oxygenblekning är att det är nödvändigt att tvätta massan ordentligt mellan kokeriet och oxygenbleksteget för att få en ordentlig separation mellan svartlut och oxygenstegsavlut. Närvaro av större mängder ooxiderad svartlut i oxygensteget medför nämligen en kraftigare kolhydratnedbrytning, dvs försämrar oxygenbleknings selektivitet.

- 15 Föreliggande uppfinning tar sikte på dels att med endast obetydlig modifiering av apparaturen förbättra den etablerade HC oxygenblekningens selektivitet i nivå med MC oxygenblekningens och dels att förhindra att snabba störningar i tvätten före oxygen slår igenom i oxygenstegets selektivitet. Det har nämligen visat sig att man vid oxygen tillsats i alkalisk miljö erhåller en mycket snabb initialreaktion med massan genom användning av s k intensivmixer, varvid oxygensatsen helt eller till väsentlig del direkt konsumeras.

- 20 Enligt uppfinningen löser man problemen vid den konventionella högkoncentrationsblekningen genom att underkasta cellulosamaterial en förbehandling. En sådan förbehandling bör ske i ett särskilt steg omedelbart före HC-steget och innebära en behandling med oxygen, lämpligen vid en massakoncentration av 8 - 15 %.

- 30 Uppfinningen innebär sålunda att ett normalt HC oxygenblekningssystem förstärkts med en föroxidation med oxygen med en utrustning innefattande tjockmassapump, intensivmixer för inblandning av oxygen och ev alkali (om alkali ej inblandats tidigare i systemet) samt ett mindre reaktionskärle med en tryckreducering vid utloppet. Föroxidationssystemet infogas i HC oxygenblekningssystemet efter det silerifilter, som brukar finnas, och före den press, som föregår själva oxygensteget. Föroxidationen drivs med en så begränsad oxygensats att praktiskt taget allt tillsatt oxygen förbrukas i det begränsade reaktionskärlet vilket betyder att mindre än 50% av totalt avsedd kappatalssänkning hos massan tas i denna föroxidation, nor-

malt mellan 20 och 30%, företrädevis 20%. Fördelningen av oxygenförbrukningen följer i stort sett fördelningen av kappatalssänkningen, bortsett från att ev överburen ooxiderad svartlut kräver en extra oxygeninsats i föroxidationssteget. Föroxidationen omfattar bara en mycket snabb del av den totala oxidationen i oxygenblekningen och kan därför begränsas till en tid mindre än 30 minuter. Normalt bör man ligga mellan 15 sekunder och 10 minuter, företrädesvis mellan 1 och 6 minuter. Temperaturen är inte kritisk, utan man kan nöja sig med den temperatur som man spontant får efter silning i ett slutet system.

10. Oxygenet bör blandas in i intensivmixern till ett fint skum med en stor fasgränsyta mellan gas och vätskesuspension för att reaktionen skall få den snabbhet, som indikerats ovan. För detta ändamål används en särskild typ av mixer. Tillsats av alkali sker före föroxidationen. Man kan därvid välja mellan att sätta till enbart
- 15 det alkali, som behövs för föroxidationen, och därefter eftersatsa alkali separat för slutoxidation i HC reaktorn eller att satsa allt alkali direkt före föroxidationen, varvid man måste räkna med att en del av alkalit recirkuleras över föroxidationen på grund av avvattningen i pressen före HC reaktorn. Föroxidationen kan och bör
- 20 utnyttja den Mg-inhibitor, som normalt används i HC oxygenblekning, varvid det kan bli aktuellt att något tidigarelägga satsen av denna inhibitor, så att den finns tillgänglig vid föroxidationen.

- 25 Förbehandlingen kräver bara att man efter ett filter och pumpar massan med tjockmassapump genom en intensivmixer, där man sätter till en väl avpassad mängd oxygen, och ett mindre reaktionskärlet, som kan begränsas till en rörledning, med en tryckreducering i utloppet från reaktionskärlet.

- 30 Denna relativt blygsamma utrustning kan lätt infogas i ett normalt HC oxygenblekningssystem av konventionell typ, så att man får ett förstärkt HC oxygensystem så som visas på bifogade ritning. Detta system får då två oxygentillsatser och möjligen, men inte nödvändigtvis, två alkalitillsatser. Vi har valt att kalla detta system MC-HC oxygenblekning.

- 35 Uppfinningen skall i det följande närmare belysas medelst utföringsexempel samt med hänvisning till bifogade ritningar, där fig 1 visar schema över ett konventionellt HC-oxygenblekningssystem, fig 2 ett schema över föroxidation och fig 3 ett schema över ett enligt uppfinningen förstärkt HC-oxygenblekningssystem.

Till försök på laboratoriet användes fabrikssilad, oblekt barrvedssulfatmassa, kappatal 30,3, gränsviskositet 1170. Massan eftertvättades. En del av massan uppkoncentrerades till ca 45% torrhalt, fluffades i en pinnrivare och oxygenblektes enligt standard för HC-oxygenblekning. Efter blekningen analyserades massan med avseende på kappatal, gränsviskositet och avlutar med avseende på COD. Blekbetingelser och analyser redovisas i tabell 1. Massan till en tvåstegsoxygenblekning enligt föreliggande uppfinning förbehandlades ej på något sätt efter laboratorietvätten. MC-blekningen utfördes vid 10% massakonzentration. Efter blekningen tvättades massan och uppkoncentrerades till ca 45% massakonzentration. Avluten från MC-blekningen analyserades med avseende på COD och massan med avseende på kappatal och gränsviskositet. Därefter fluffades massan i pinnrivare och blektes sedan enligt HC-standard. Massan analyserades med avseende på kappatal och gränsviskositet, avluten med avseende på COD.

För att kunna få tillräckligt mycket avlut för COD-bestämning (vid HC-blekning 25% mk) måste massaprovet lakas vid 10% mk i ett dygn före avsugningen. Blekningsbetingelser och analyser redovisas i tabell 2 och 3. Massautbytet är beräknat från COD-analyserna, varvid har antagits att 16 kg COD p<sub>tm100</sub> oblekt motsvarar 1% blekutbytesförlust.

Som framgår av figur 4 har MC-blekningen enligt uppfinningen givit en avsevärd förbättring av relationen gränsviskositet (ett mått på cellulösans kedjelängd) och kappatal (ett mått på restlig-ninhalt i massan), nästan till i nivå med ren MC-oxygenblekning av massan. Relationen massautbyte - kappatal, figur 5, har inte ändrats signifikant, vilket var väntat och inte väsentligt avvikande från MC oxygenblekningens resultat.

Figur 6 belyser relationen mellan alkaliförbrukning och kappatalsreduktion vid de utförda laboratorieexperimenten. I praktiken har man betydligt bättre slutning och recirkulation av kemikalierna, varför skillnaderna mellan de olika varianterna väsentligt minskas.

Uppfinningen är icke begränsad till den beskrivna utföringsformen, utan kan varieras inom uppfinningstankens ram.

Tabell 1. Blekbetingelser och analysdata från konventionell HC-oxygenblekning. Ursprungsmassans kappatal 30,3 och gränsviskositet 1170 dm<sup>3</sup>/kg.

<u>Oxygensteg</u>									
PO <sub>2</sub>	MPa	0,5							
Tid	min	30							
Temp.	°C	100							
MgSO <sub>4</sub>	kg/ton	10							
Massakonc.	%	25							
NaOH	kg/ton	15	15	25	25	30	30	45	45
<u>Analys</u>									
Kappatal		23,6	23,2	17,3	17,4	14,6	15,2	12,7	12,9
Gränsvisk.	dm <sup>3</sup> /kg	1060	1050	926	926	803	777	666	643
COD	kg ptn	20,7	19,5	41,8	40,1	62,0	57,9	72,6	70,2
Utbyte	%	98,7	98,8	97,4	97,5	96,1	96,4	95,5	95,6



Tabell 3

Tabell 3. Blekbetingelser och analysdata från tvåstegs oxygenblekning MC+HC.  
Ursprungsmässans kappatal 30.3 och gränsviskositet 1170 dm<sup>3</sup>/kg.

Försteg MC		0,3 20 75 5 10 5											
PO <sub>2</sub>	MPa												
TiS	min												
Temp.	°C												
MgSO <sub>4</sub>	kg/ton												
Massalkonc. %													
NaOH	kg/ton												
Analyser		10											
Kappatal													
Gränsvisk. dm <sup>3</sup> /kg													
COD	kg plm												
Steg 2 HC													
PO <sub>2</sub>	MPa												
TiS	min												
Temp.	°C												
MgSO <sub>4</sub>	kg/Lon												
Massalkonc. %													
NaOH	kg/Lon												
Analyser													
Kappatal													
Gränsvisk. dm <sup>3</sup> /kg													
COD vid 10% mk mg/l													
Utbyte %													

P a t e n t k r a v

1. Sätt att förstärka oxygenblekning av cellulosahaltigt material vid hög massakoncentration, s k HC-oxygenblekning, d v s blekning vid koncentrationer i området 20 - 45%, k ä n n e t e c k n a t därav, att materialet omedelbart för HC-steget utsättes för en förbehandling med oxygen vid en koncentration av 8 - 15%.
2. Sätt enl kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att förbehandlingen utföres efter silerifilter men före den press som föregår HC-oxygensteget.
3. Sätt enl kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att förbehandlingen utföres med begränsad oxygentillsats, så att mindre än 50%, företrädesvis 10 - 30%, av den totalt avsedda kappatalssänkningen uppnås.
4. Sätt enl kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att förbehandlingen utföres under en tid mindre än 30 minuter, företrädesvis från 15 sekunder till 10 minuter, lämpligen mellan 1 och 6 minuter.
5. Sätt enl kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att oxygenet inblandas i materialet medelst en intensivmixer för erhållande av ett skum.
6. Sätt enl kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det totala behovet av alkali vid oxygenblekningen tillsättes direkt före förbehandlingen.
7. Sätt enl kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att förbehandlingen utföres under ett oxygenspartialtryck av 0.1 - 0.3 MPa.

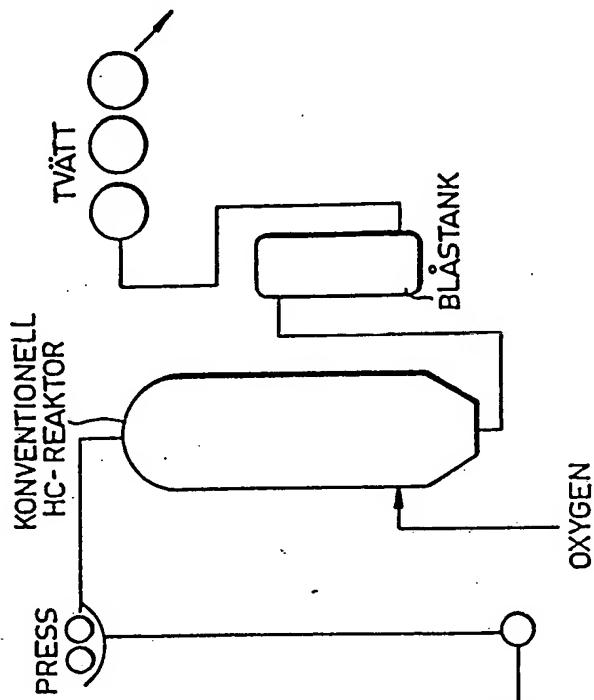


Sammandrag

Uppfinningen avser ett sätt att förstärka oxygenblekning av cellulosahaltigt material vid koncentrationer i området 20 - 45%. Enligt uppfinningen utsättes materialet omedelbart före högkoncentrationssteget för en förbehandling med oxygen vid en koncentration av 8 - 15%.

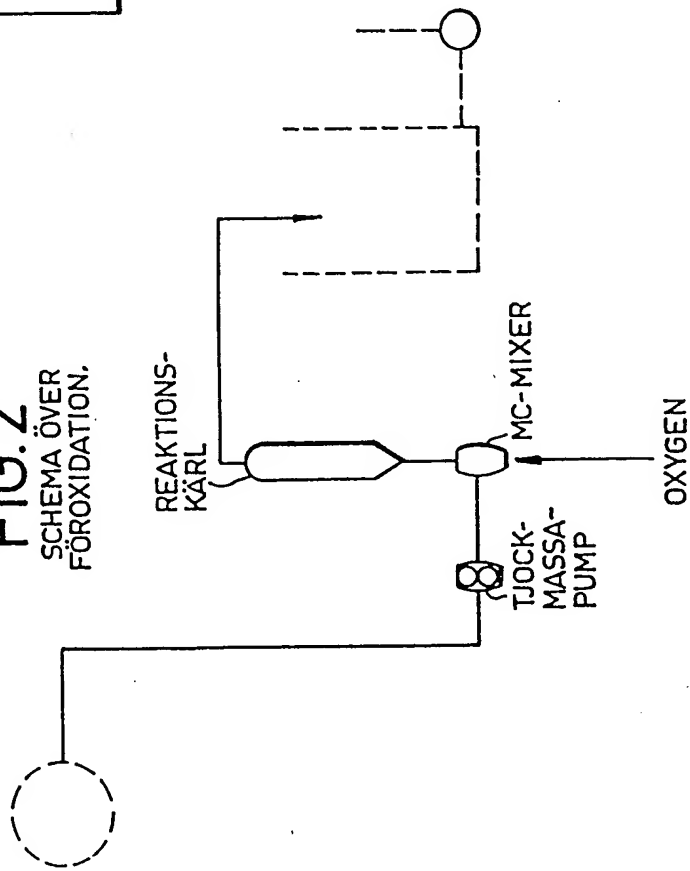
# FIG.1

SCHEMA ÖVER ETT NORMALT  
HC-OXYGENBLEKNINGSSYSTEM.



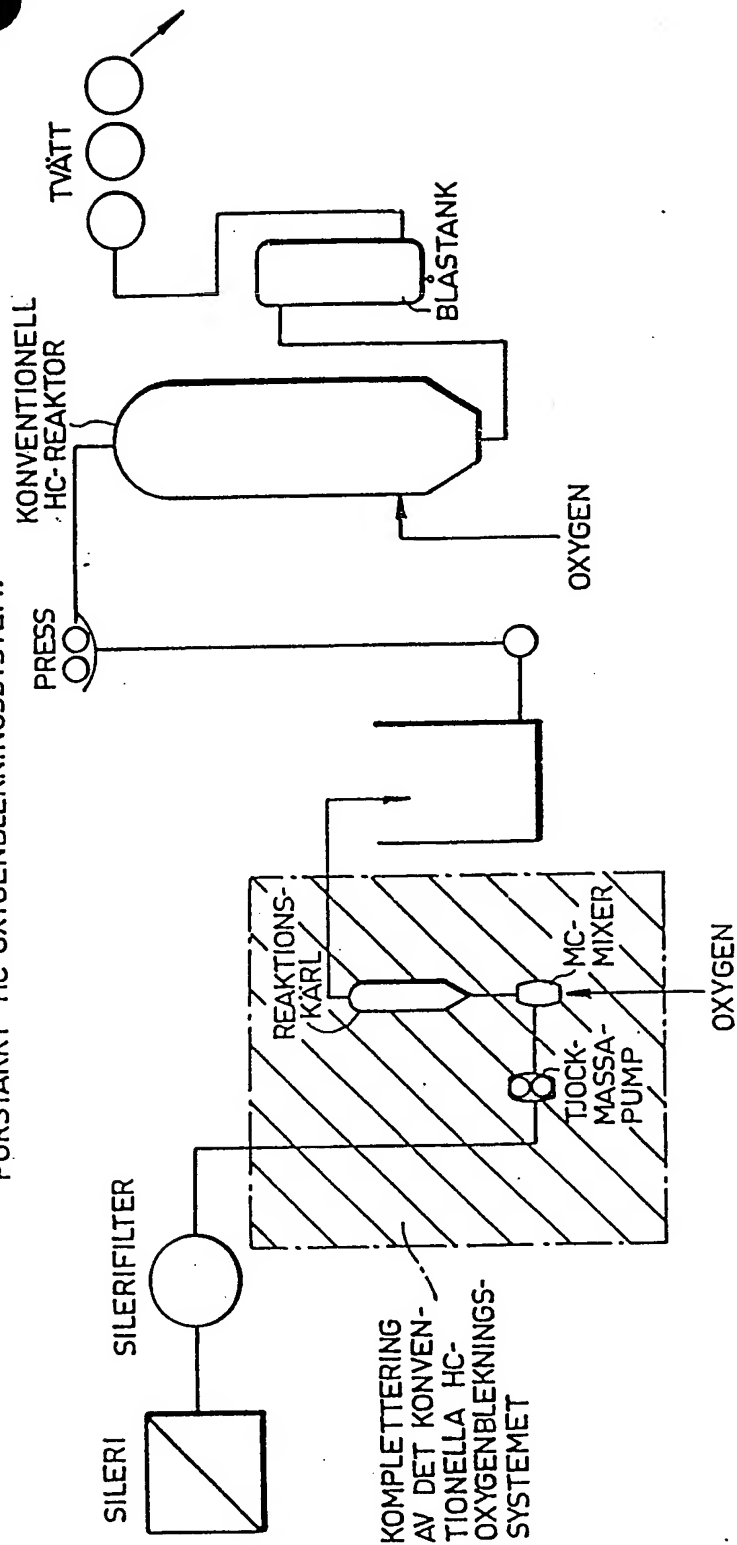
# FIG.2

SCHEMA ÖVER  
FÖROXIDATION.



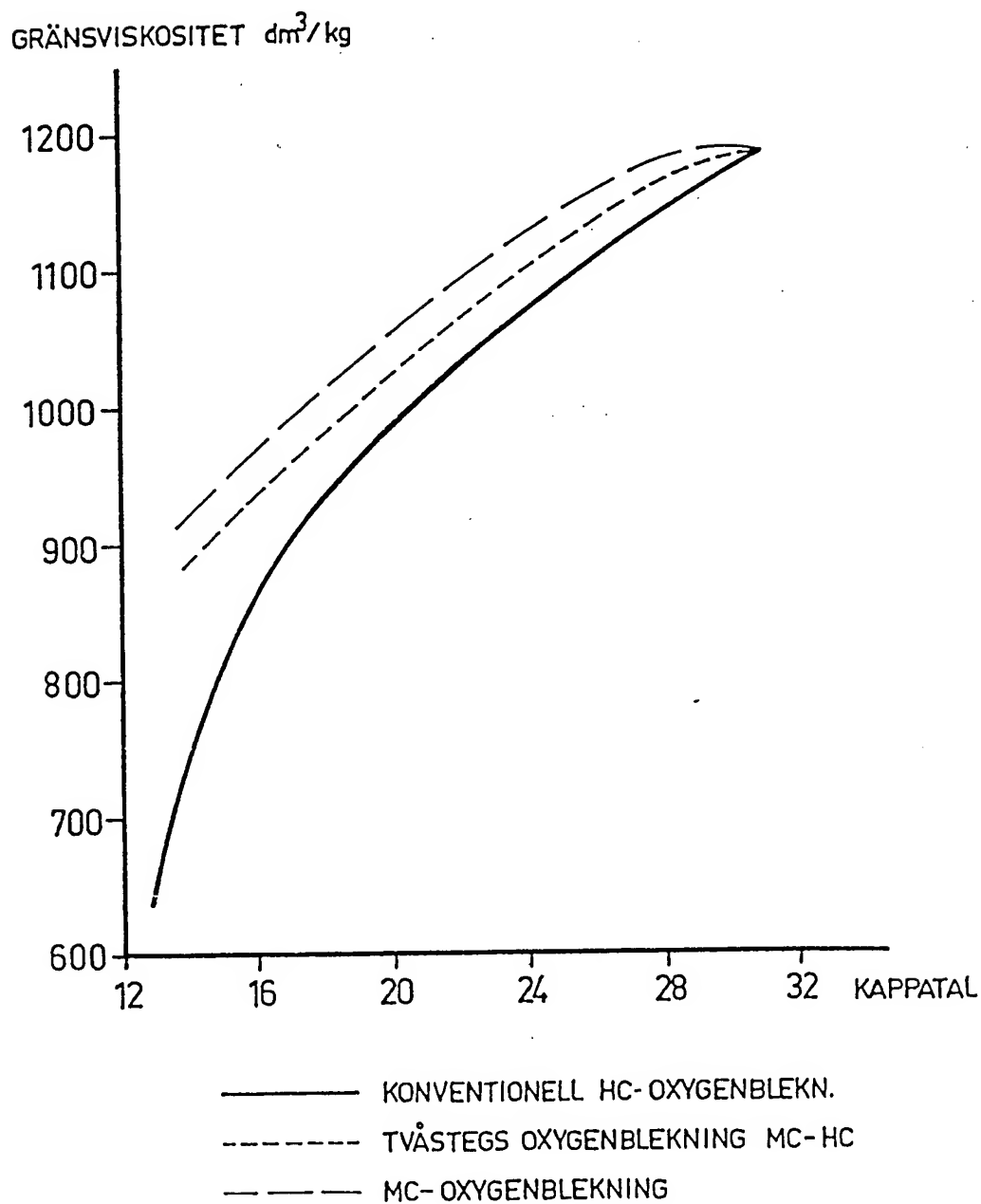
# FIG.3

SCHEMA ÖVER ETT ENLIGT UPPFINNINGEN  
FÖRSTÄRKT HC-OXYGENBLEKNINGSSYSTEM.



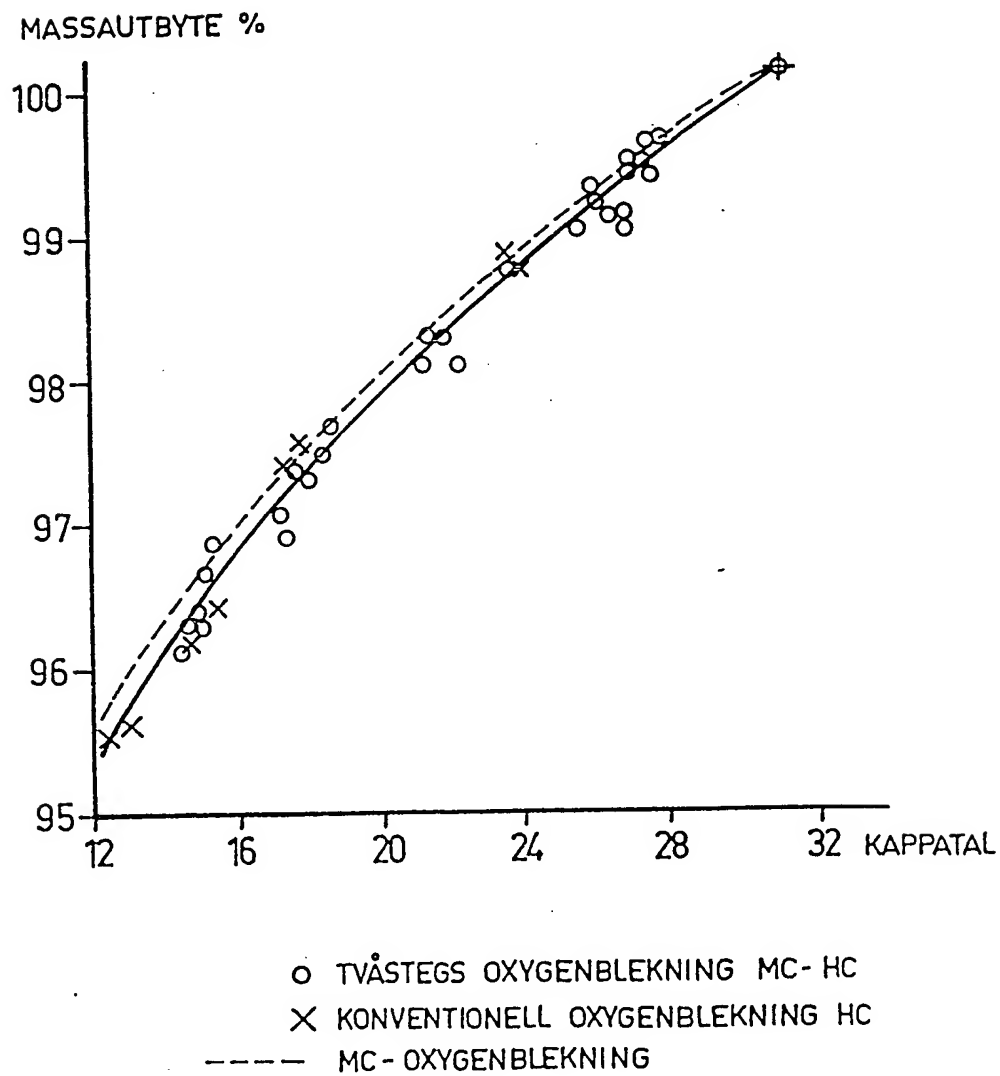
## FIG.4

KAPPATAL vs GRÄNSVISKOSITET VID  
TVÅSTEGS OXYGENBLEKNING MC-HC RESP  
ENSTEGS OXYGENBLEKNING HC.



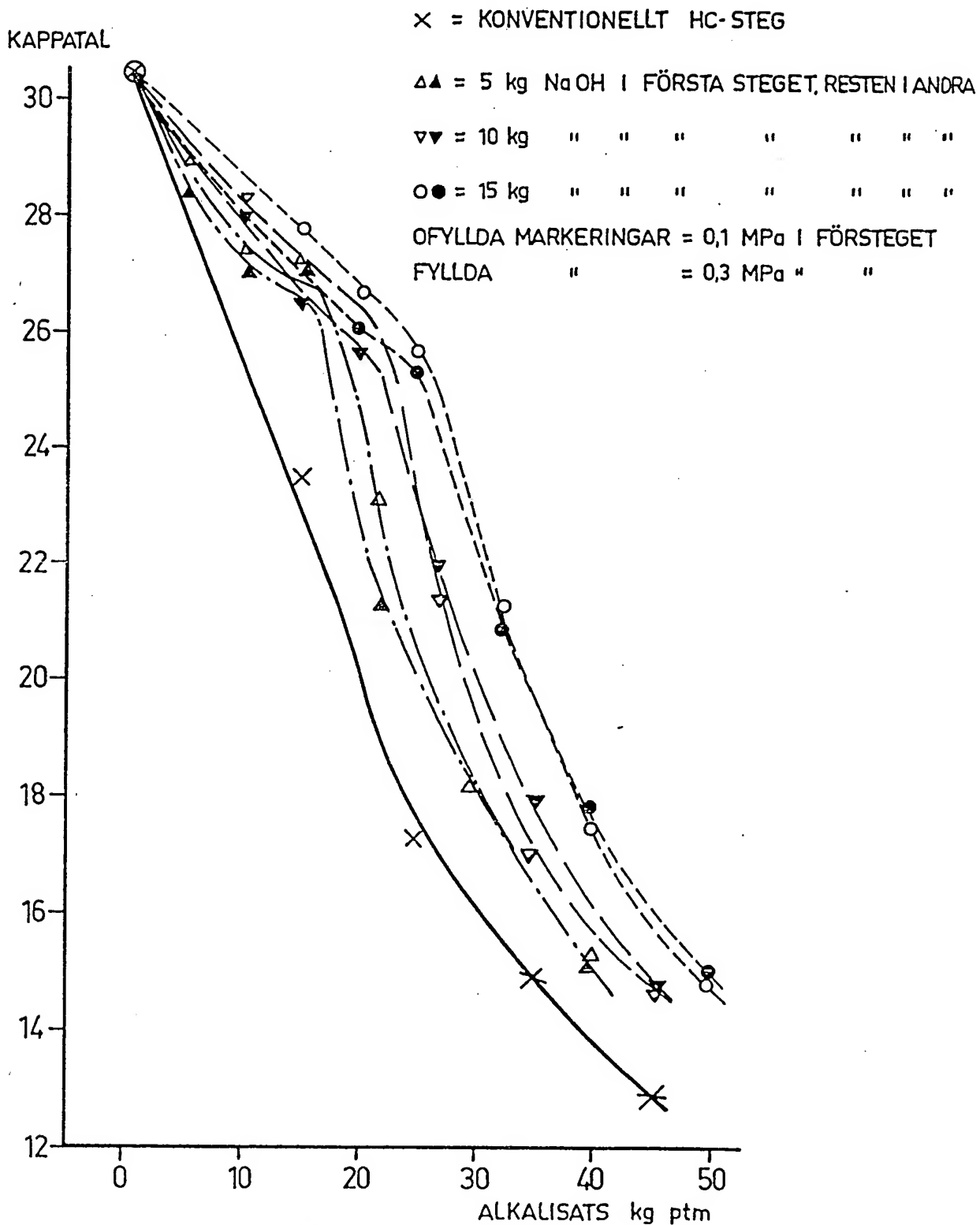
# FIG.5

KAPPATAL vs MASSAUTBYTE VID TVÅSTEGS  
OXYGENBLEKNING. MC- HC SAMT ENSTEGS  
KONVENTIONELL HC- OXYGENBLEKNING.



# FIG.6

KAPPATAL vs ALKALISATS VID  
TVÄSTEGS OXYGENBLEKNING.



System for the oxygen delignification of pulp  
consisting of lignocellulose-containing material

The present invention relates to a system for  
5 oxygen delignification in accordance with the preamble  
to Patent Claim 1.

State of the art

A number of different processes for oxygen  
10 delignification have been disclosed.

US,A,4.259.150 presents a system involving a multistage  
oxygen bleaching in which the pulp is, in each stage,  
firstly mixed to a lower consistency with O<sub>2</sub>, water and  
NaOH, followed by a thickening back to the consistency  
15 level which the pulp had up until the stage in  
question. The aim is to achieve an economical,  
chlorine-free bleaching with high yield. At the same  
time, the kappa number can be lowered, by means of  
repeated stages, from 70 down to 15, or even to less  
20 than 15.

SE,C,467.582 presents an improved system for  
the oxygen bleaching of pulp of medium consistency. By  
means of the temperature control having been optimized,  
an oxygen bleaching takes place in a first delignifica-  
25 tion zone at low temperature, followed by a second  
delignification zone which is at a temperature which is  
20-40 degrees higher. The aim was to obtain an improved  
yield and an improved viscosity, while retaining the  
same dwell time, in connection with industrial  
30 implementation.

In addition to SE,C,467.582, other variants of  
oxygen delignification in two stages have also been  
patented. SE,C,505.147 presents a process in which the  
pulp should have a high pulp concentration, in the  
35 range of 25-40%, in the first stage and a concentration  
of 8-16% in the second stage, at the same time as the  
temperature in the second stage should be higher than,

or the same as, the temperature in the first stage, in line with the temperature difference which is recommended in SE,C,467.582. The advantages of the solution in accordance with SE,C,505.147 are stated to be the possibilities of admixing more oxygen in the first high-consistency stage without the risk of channel formation but where, at the same time, unused quantities of oxygen can be bled off after the first stage for subsequent admixture in a second mixer prior to the second stage.

SE,C,505.141 presents yet another process, which is an attempt to circumvent SE,C,467.582, since that which it is sought to patent is stated to be that the temperature difference between the stages does not exceed 20 degrees, i.e. the lower suitable temperature difference which is patented in SE,C,467.582, but that nevertheless a temperature difference should exist. In addition to this, it is stated that a) the pressure should be higher in the first stage and b) that the dwell time is short in the first stage, i.e. of the order of magnitude of 10-30 minutes, and c) the dwell time in the second stage is longer, i.e. of the order of magnitude of 45-180 minutes.

A lecture entitled "Two-stage MC-oxygen delignification process and operating experience", which was given by Shinichiro Kondo, from the Technical Div. Technical Dept. OJI PAPER CO. Ltd., at the 1992 Pan-Pacific Pulp & Paper Technology Conference ('99 PAN-PAC PPTC), Sept. 8-10, Sheraton Grande Tokyo Bay Hotel & Towers, presents a successful installation which involves two-stage oxygen delignification and which was constructed in 1986 in a plant in Tomakomai.

In this OJI PAPER plant in Tomakomai, the pulp was fed, at a pressure of 10 bar, to a first oxygen mixer (+ steam), followed by an aftertreatment in a "preretention tube" (prereactor), with a dwell time of 10 minutes, in which the pulp pressure is reduced to a



level of about 8-6 bar due to pipe losses, etc. After that, the pulp was fed to a second oxygen mixer, followed by an aftertreatment in a reactor at a pressure of 5-2 bar and with a dwell time of 60 minutes. At this point, it was stated that preference would have been given to having a "preretention tube" which would have given a dwell time of about 20 minutes but that it was not possible to achieve this due to lack of space. OJI PAPER stated that, by using this installation, they were successful in achieving an increase in kappa reduction for a lower cost in chemicals and also an improvement in pulp viscosity.

The greater part of the prior art has consequently been directed towards a higher pressure in the first reactor to a level of about 6(8)-10 bar. A pressure in the first reactor of up to 20 bar has even been discussed in some extreme applications. This entails the reactor spaces which are required for the first delignification zone having to be manufactured so as to cope with these high pressure levels, with the attendant requirement for substantial material thickness and/or good material qualities, resulting in an expensive installation.

Conventionally, these reactors are used as upright vessels, with the pulp flowing either upstream or downstream through the reactor. A problem then is that disparate reaction conditions arise through the reactor since the pressure changes during the process. When a vertical reactor having a height of 10 metres is used, a difference in pressure is then obtained simply due to the hydrostatic effect of 1 bar. As a result, the delignification process cannot be optimized equally well with regard to the pressure.

In pulp suspensions used in industrial manufacturing processes, there are large quantities of readily oxidizable constituents/structures which react even under modest process conditions. It is therefore advan-

tageous to add oxygen in a first stage in quantities which are such that this relatively easily oxidized part of the pulp is allowed to oxidize/react first of all. Severe problems arise if an attempt is made to  
5 compensate for this by overadding oxygen since there is the imminent danger of channelling problems (as mentioned in the said SE,C,505.147).

#### Object of the invention

10 One object of the invention is to avoid the disadvantages of the prior art and to obtain an oxygen delignification of increased selectivity. The invention permits an optimal practical application of the theories regarding a first rapid phase and a second  
15 slower phase during the oxygen delignification process, where the optimal reaction conditions are different between the phases.

At the high hydroxide ion concentrations and high oxygen partial pressures which are conventionally  
20 employed in the first stage, the carbohydrates are attacked more than necessary, thereby impairing the quality of the pulp. A lower oxygen partial pressure, and preferably also a lower temperature, in the first stage than in the second stage decreases the rate of  
25 reaction for breaking down carbohydrates more than it decreases the rate of reaction for the delignification, thereby leading to an increased total selectivity on the pulp after the two stages.

Another object is to permit a simpler and  
30 cheaper process installation, in which it is possible to manufacture at least one pressure vessel in a first delignification zone using less robust material and/or a lower material quality which is suitable for a lower pressure class.

35 Yet another object is to permit an additional simpler and cheaper process installation in which the first pulp-conveying pump can be of a simple type which

is dimensioned only for transporting the pulp through the first delignification zone. The process installation can also be effected in delignification plants in which the stations for adding oxygen are located very close to each other. Normally, an attempt is made to keep stations for adding oxygen and adding chemicals within a restricted area in order to limit working environment problems and discharge risks.

Yet another object is to make it possible also to use steam at moderate pressure, especially when there is a need to increase the temperature substantially between the first and second stages and where the pressure in the second stage is considerably higher than that the first stage. This makes it possible to convert existing single-vessel delignification systems where, with the previously known technique for converting to a two-stage design, a limitation has been that the prevailing pressure in the plant's steam grid has not enabled a sufficiently large quantity of steam to be admixed in the pulp in order to achieve the desired temperature in the second delignification stage.

Yet another object is to optimize the mixing process in each position such that only that quantity of oxygen is added which is consumed in the subsequent delignification zone. This makes it possible to dispense with bleeding systems for overshooting quantities of oxygen at the same time as it is possible to reduce the total consumption of oxygen, thereby reducing the operating costs for the operator of the fibre line and thus shortening the pay-off time.

Yet another object is to increase, in an oxygen delignification system having a given total volume of the first and second stages, a so-called H factor by operating the first stage for a short time at a low temperature and the second stage for a longer time at a higher temperature. When, for example, carrying out conversions of existing single-vessel oxygen deligni-

fication stages, a simple conversion, with a smaller prereactor and a modest increase in the reaction temperature in the existing reactor, can increase the H factor and at the same time improve the selectivity over the oxygen stages.

The invention is described in more detail with reference to the figures in accordance with the following figure list.

Figure list

Figure 1 shows a system for oxygen delignification in two stages in accordance with the invention; AND

Figure 2 diagrammatically shows the kinetics of oxygen delignification and the advantages which are gained relative to the prior art with regard to reduction in kappa number and an increased H factor,

Figure 3 shows an advantageous embodiment with a U-shaped first reaction stage between the first agitating mixer and the subsequent static mixer.

Description of embodiment examples

Figure 1 shows an installation, according to the invention, of a system in an existing plant in which the oxygen delignification process required upgrading.

An existing first MC pump 1 (MC = medium consistency, typically a pulp consistency of 8-18%) is connected to a tipping chute 2 for forwarding to an existing first MC mixer 3. An admixture of chemicals, chiefly oxygen, takes place in the first MC mixer 3, after which the pulp was, in the existing system, fed to an oxygen reactor 10. The first mixer 3 is a so-called dynamic mixer, in which a motor-driven rotor agitates the pulp in at least one narrow fluidizing gap. The dynamic mixer is preferably a mixer type which corresponds to that presented in US433920, in which a first cylindrical fluidizing zone is formed between the rotor and the housing and a second fluidizing zone is formed between a radially directed rotor part and the housing, which mixer is hereby introduced as a reference. A mechanical agitation is required in order to obtain a uniform admixture of the chemical charge in question throughout the whole of the pulp suspension with the aim of ensuring that the pulp is bleached/treated uniformly throughout the whole of its volume.

The combination of a first MC pump 1 closely followed

by an MC mixer 3 can be termed a "perfect pair". This is the case since the pump primarily pressurizes the pulp flow to a given degree, thereby facilitating a finely divided supply of the oxygen to the MC mixer  
5 which follows directly thereafter.

In accordance with the invention, an upgrading of the oxygen delignification process is achieved by introducing a first delignification zone 6, followed by a non-rotating/mechanically agitating mixer 8 for  
10 increasing the temperature by means of adding steam, followed by a second MC pump 4 and a second MC mixer 5, which mixer 5 acts directly after the pump 4.

The static mixer 8 is preferably of a construction as has been presented in SE,C,512.192  
15 (= PCT/SE00/00137), in which steam is conducted in, as thin jets, through a number of holes which are uniformly distributed over the periphery of a pulp-conveying pipe, which mixer is hereby introduced as a reference.

20 The system is assembled such that the coupling pipe 6 forms a first delignification zone between the outlet of the first MC mixer and the inlet of the non-rotating mixer, which zone give rise to a dwell time  $R_T$  of 2-20 minutes, preferably 2-10 minutes, and even more  
25 advantageously 3-6 minutes.

The second MC pump 4 is controlled such that the resulting pressure in the delignification zone 6 is preferably in the interval 0-8 bar, preferably 2-8 bar, and even more advantageously 3-6 bar. Preferably, the  
30 second pump 4 is controlled by means of its rotational speed being controlled by a control system PC in dependence on the pressure which prevails, and is detected, in the first delignification zone 6. This first delignification zone should have an extension  
35 length which is the main horizontal. Expediently, the coupling pipe can be drawn in the form of a U-shaped loop, in which the highest point of the loop is

constituted by the bottom of the U and in which the height in relation to the connection points of the loop is determined in such a way that the gas collects at the bottom of the U, preferably less than 0.5 m, and  
5 even more advantageously less than 0.1 m, above the highest of the connection points, where means for separating off the gas are expediently present. The connection of the loop to the respective mixers is effected such that the mixers end up at essentially the  
10 same height, at least a height difference of less than 2 metres, expediently a height difference of less than 1.0 m, and preferably less than 0.1 m. This results in a controlled pressure profile through the whole of the delignification zone, thereby further improving the  
15 prerequisites for exploiting the kinetics of oxygen delignification in an optimal manner and thereby achieving selective oxygen delignification.

The temperature in the first delignification zone can be kept low, preferably at the level which the system  
20 allows without adding steam, but preferably with the pulp entering the first delignification zone being at a temperature of about 85°C,  $\pm 10^\circ\text{C}$ .

The non-rotating mixer 8 is connected in after the first delignification zone, as is then the second  
25 MC pump 4, followed by the second MC mixer 5. This second "perfect pair" combination is controlled such that the resulting pressure in the oxygen reactor 10, which reactor forms a second delignification zone, reaches a level of at least 3 bars overpressure at the  
30 top of the reactor. The pressure in the second MC mixer should be at least 4 bar higher than that in the first MC mixer; alternatively, the increase in pressure in the second pump should reach 4 bar. In connection with practical implementation in conventional oxygen stages,  
35 an initial pressure is obtained within the interval 8-12 bar, corresponding to the pressure at the inlet to the reactor.

In accordance with the invention, the temperature of the pulp in the second delignification zone is increased by supplying steam to the non-rotating mixer directly after the first delignification zone and before the pressure-increasing pump 4 comes into play. The steam supply is expediently controlled using a control system TC, which comprises a control valve V on the line 7 for the steam supply and a feeding-back measurement of the temperature of the pulp which is leaving the mixer. The temperature is expediently raised to a level of  $100^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ , but preferably at least  $5^{\circ}\text{C}$  higher than the temperature in the first delignification zone. As a result of the steam being supplied before the high pressure, which is required for the final phase of the delignification, is imparted to the pulp:

- a higher temperature can be obtained
- the available steam can be at a lower pressure
- the mixers for admixing the oxygen do not need to be burdened with supplying steam as well, something which would otherwise reduce their efficiency.

The volume of the second delignification zone, i.e. the second reactor, is expediently designed such that it is at least 10 times greater than the volume of the first delignification zone, i.e. a retention time of at least 20-200 minutes, preferably 20-100 minutes, and even more advantageously within the range 50-90 minutes.

Figure 2 diagrammatically shows the kinetics of the oxygen delignification and the advantages with regard to the principles of kappa number reduction which are obtained relative to the prior art.

Curve P1 shows the principle of a reaction course during the initial phase of the delignification. This part of the delignification proceeds relatively rapidly and is typically essentially complete after a good 20 minutes.



However, after a relatively short time, typically only 5-10 minutes, the final phase P2 of the delignification takes over and begins to dominate as far as the resulting delignification of the pulp is concerned. A typical

5 subdivision of the delignification into two stages in accordance with the prior art is shown at line A, with stage 1 being to the left of the line A and stage 2 being to the right of the line A. It follows from this that two different dominating processes, i.e. the

10 initial phase of the delignification on the one hand, but also its final phase, actually take place in stage 1. It can be concluded from this that it becomes impossible to optimize the process conditions in stage 1 for both these delignification phases.

15 Instead, a subdivision of the delignification into two stages in accordance with the invention is shown at the line B, with stage 1 being to the left of the line B and stage 2 being to the right of the line B. This makes it possible to optimize each stage for the process which dominates in the stage. The curve  $H_A$  shows the temperature integral plotted against time (H factor) which is typically obtained when implementing a delignification process in two stages in

20 accordance with the prior art, corresponding to the line A.

25 As can be seen from the figure, it is possible to use the stage subdivision in accordance with the invention to obtain an H factor which is higher than that which is typically obtained in current installations. This

30 can be done without foregoing demands for high selectivity over the oxygen delignification system.

Figure 3 shows the most advantageous embodiment of the first reaction stage 6, with this reaction stage being seen from above in Figure 3 and with a U-shaped

35 pipe loop forming the whole of the reaction stage. The U shape in which the pipe is drawn provides the lowest possible flow resistance/pressure drop at the same time

as the pipe loop can be laid essentially in the same horizontal plane. In certain installations, there can be a risk of gas separating during transport in the pipe loop; for this reason, the loop can be installed with a highest point 6h or 6h' somewhere on the pipe loop. A device for extracting accumulated gas can then be arranged in conjunction with such a highest point, where the gases tend to accumulate. The figure shows a valve V which can be opened and drain off accumulated gas. The valve can be controlled using control equipment which opens the valve in dependence on some suitable process parameter, for example operating time, flow, etc., and closes it when pulp fibres are detected in the flow through the valve. While the figures show the pipe loop having essentially the same pipe dimensions throughout the whole of the drawn loop, the dimensions of the actual pipe connections from the mixers 3 and 8, respectively, can be less than those of the actual pipe loop in the reaction stage. Alternatively, the reduction in area in conjunction with the output from the pipe bend to the mixer 8 can be used to generate an increase in the speed of the pulp and thus induce an injector effect on the accumulated gas when the highest point 6h' is located at the outlet.

The invention also opens up ways of upgrading, for a small investment, an existing 1-stage process, which is of relatively low selectivity, to a 2-stage system of superior selectivity, with this being achieved without having to build a new large reactor or even two such reactors. According to the invention, the initial phase of the oxygen delignification is dealt with in the prereactor, after which the temperature in the existing reactor can, if so required, even be raised in association with the conversion, and an increased H factor can in this way be combined with increased selectivity.

The invention can be modified in a number of ways within the scope of the inventive concept. For example, the first delignification zone can consist of a pipe which is drawn to form an S shape or a W shape.

5 Further delignification zones, or intermediate washing/leaching or extraction of the pulp, can be introduced between the first and second delignification zones according to the invention. For example, a third "perfect pair" combination, i.e. a pump with a mixer  
10 following it, can be arranged between the zones. The essential point is that the first delignification zone is characterized by a lower pressure, a short dwell time and a moderate temperature, and that the concluding, final delignification zone is characterized  
15 by a higher pressure (a pressure which is at least 4 bar higher than that of the first zone), a longer dwell time (a dwell time which is at least 10 times longer than that in the first zone) and an increased temperature (a temperature which is preferably at least  
20 5 degrees higher than that in the first zone). Where appropriate, it should be possible to charge a first mixer, or an intermediate mixer in a third "perfect pair" combination, at least partially with oxygen which is blown off from the reactor 10. The  
25 economic basis for such a recovery of oxygen is poor since the cost of oxygen is relatively low.

In order to guarantee optimal process conditions, one or other, preferably the second, or both, of the MC pumps can be rotation speed-controlled in  
30 dependence on the pressure in the first delignification zone.

The invention can also be modified by the further addition of a number of different chemicals which are selected and suitable for the specific fibre  
35 line and the pulp quality in question, such as  
- agents for protecting cellulose, for example  $\text{MgSO}_4$ , or other alkaline earth metal ions or compounds thereof;

- additions of complexing agents which are made prior to adding oxygen, with subsequent removal of precipitated metals, where appropriate;
  - chlorine dioxide;
  - 5 - hydrogen peroxide or organic or inorganic peracids or salts thereof;
  - free-radical capturing agents, such as alcohols, ketones, aldehydes or organic acids; and
  - carbon dioxide or other additives.
- 10           Where appropriate, it should also be possible to degas exhaust gases (residual gases) in immediate conjunction with the second pump, preferably by means of the pump being provided with internal degassing, preferably a pump termed a "degassing pump".

## PATENT CLAIMS

1. System for the oxygen delignification of pulp which consists of lignocellulose-containing material and whose mean concentration is 8-18%, which oxygen delignification takes place in
- at least two reaction stages (6 and 10, respectively)
  - with a first addition means (1, 3) for adding chemicals, chiefly oxygen, in a first position prior to the first reaction stage (6) and
  - a second addition means (8, 4, 5) for adding chemicals, chiefly oxygen, in a second position after the first stage and prior to the second stage,
  - where the first reaction stage consists of a reactor (6) having a volume which results in a dwell time of 2-20 minutes, preferably 2-10 minutes, and even more advantageously 3-6 minutes, and
  - where the second reactor (10) has a volume which is at least 10 times greater than the volume in the first reaction stage, i.e. at least 20-200 minutes, preferably 20-100 minutes, and even more advantageously within the range 50-90 minutes,
- c h a r a c t e r i z e d i n t h a t
- the first reaction stage consists of a pipe loop between the first and second addition means
  - the pipe loop is arranged to lie essentially in the same horizontal plane.
2. System for oxygen delignification according to Claim 1,
- c h a r a c t e r i z e d i n t h a t the distance between the first and second addition means is shorter than the length of the pipe loop.
3. System for oxygen delignification according to Claim 2,
- c h a r a c t e r i z e d i n t h a t the length of the

pipe loop is at least 20 metres, preferably in the range 40 metres  $\pm$  10 metres, and in that the distance between the first and second addition means is at least 10 metres shorter than the length of the pipe loop.

5

4. System for oxygen delignification according to Claim 2 or 3,

c h a r a c t e r i z e d i n that the pipe loop is drawn in the horizontal plane in a U-shaped bend.

10

5. System for oxygen delignification according to Claim 4,

c h a r a c t e r i z e d i n that the highest point (6h) of the U-shaped pipe loop is located at the bottom

15 of the U.

6. System for oxygen delignification according to Claim 4,

20 c h a r a c t e r i z e d i n that the highest point (6h') of the U-shaped pipe loop is located at the downstream, seen in the direction of flow of the pulp, end of the U.

25 7. System for oxygen delignification according to Claim 1, 5 or 6,

30 c h a r a c t e r i z e d i n that the pipe loop is located, essentially, in the same horizontal plane, and where the difference in height between the lowest and highest points of the pipe loop is less than 2 metres, preferably less than 0.2-1 metre, and in that means for degassing (P, V) are arranged in this highest point of the drawn loop.

35 8. System for oxygen delignification according to Claim 7,

c h a r a c t e r i z e d i n that the means for degassing comprise a controllable degassing valve (V),

from which accumulated air or residual gases can be drawn off from the pipe loop as required, either manually or by way of a control system (P) in dependence on some process parameter.

5 9. System for oxygen delignification according to Claim 7 or 8,

c h a r a c t e r i z e d i n that the means for degassing comprise a local reduction in the area of the drawn loop, which area reduction imparts a locally  
10 increased speed of flow to the pulp with the aim of using the ejector effect to entrain accumulated air in the pulp flow.

10. System for oxygen delignification according to  
15 one of the preceding claims,

c h a r a c t e r i z e d i n that the first addition means for adding chemicals, chiefly oxygen, in a first position prior to the first reaction stage comprises  
- a first pump (1) which is arranged to pump the pulp  
20 to a first mixer (3), which first mixer is arranged in close conjunction with the first pump,  
and in that the first mixer is a mixer using mechanical agitation, in which the pulp is at least partially fluidized in gaps in the mixer.

25 11. System for oxygen delignification according to one of the preceding claims,

c h a r a c t e r i z e d i n that the second addition means for adding chemicals, chiefly oxygen, in a second  
30 position after the first reaction stage and prior to the second reaction stage, comprises

- a second mixer (8), which has means for adding steam and which is arranged to receive pulp from the first delignification zone, and where the second mixer is  
35 a static mixer without mechanical agitation,  
- a second pump (4) which is arranged to receive pulp after the second mixer,

- a third mixer (5), which has means for adding chemicals, principally oxygen, and which is arranged in close conjunction with the second pump, and where this third mixer is a mixer using mechanical agitation, in which the pulp is at least partially fluidized in gaps in the mixer.

12. System for oxygen delignification according to one of the preceding claims,

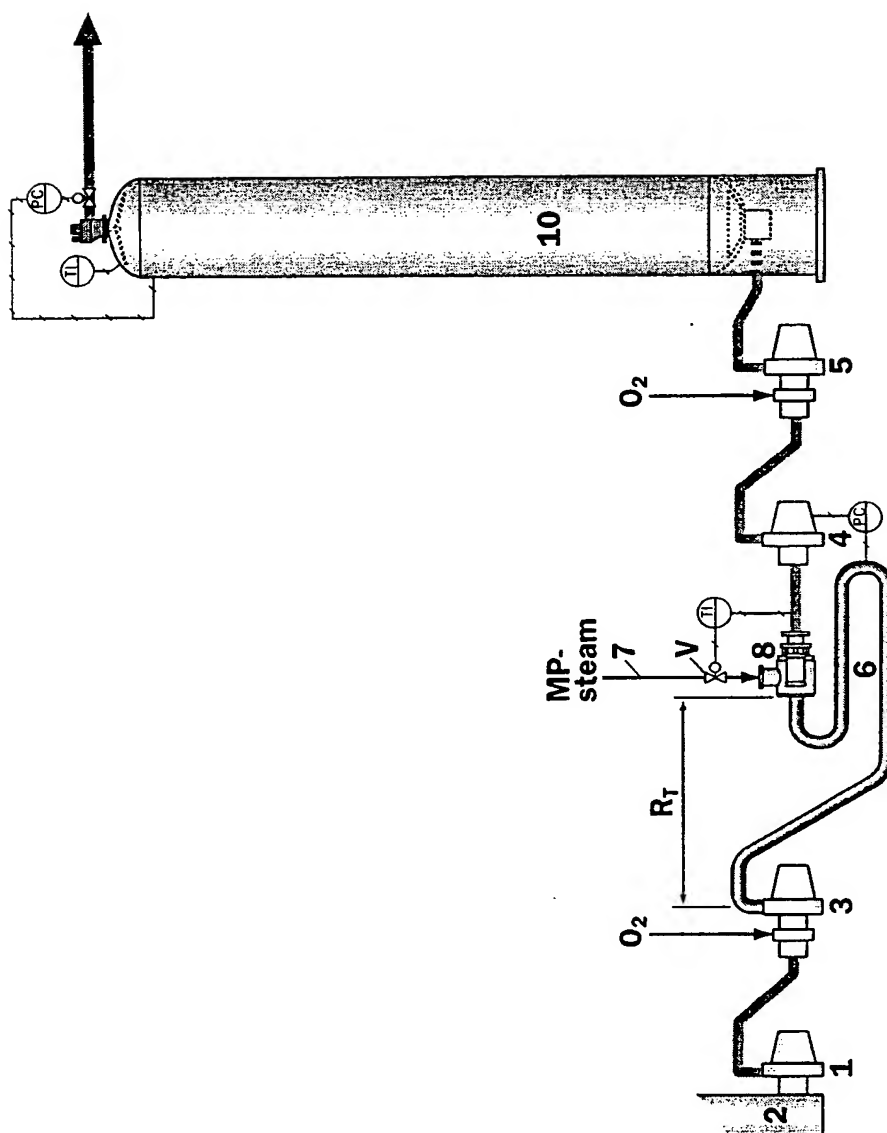
10 c h a r a c t e r i z e d

- in that the system is adjusted in such a way that the pressure in the first reaction stage is essentially constant throughout the reaction stage and amounts to a pressure within the interval 0-6 bar, preferably
- 15 0-4 bar,
- in that the second pump (4) has a pumping effect such that the pressure in the second delignification zone reaches a level of at least 3 bars overpressure at the top of the second delignification zone.



1/3

Fig 1



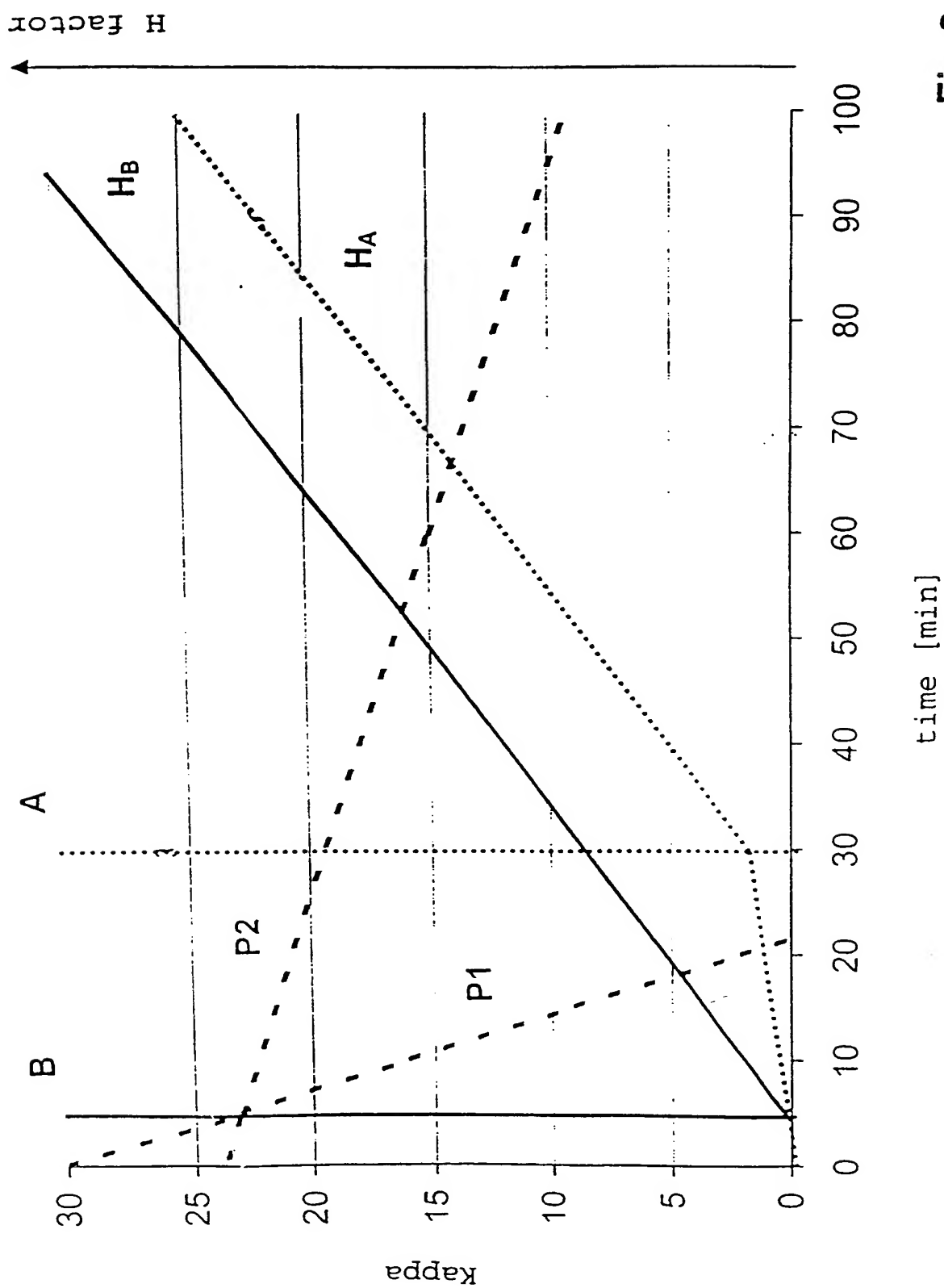


Fig.2

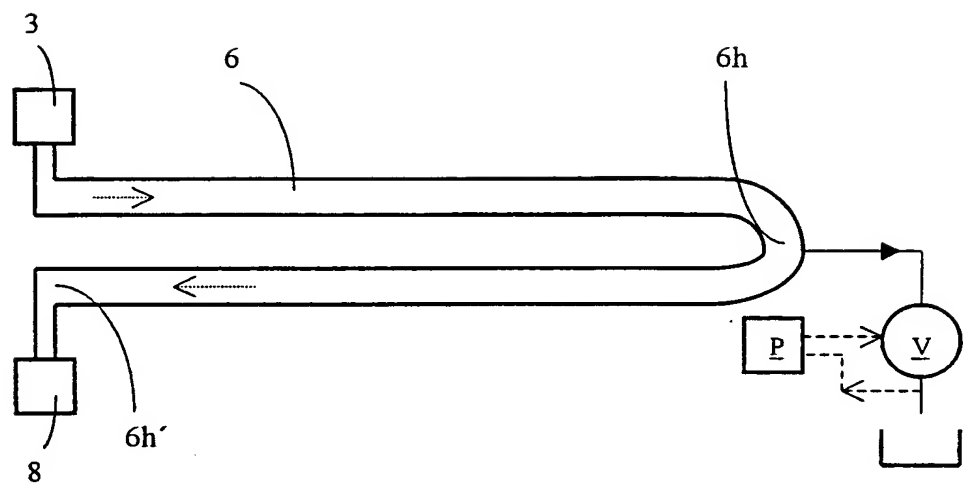


Fig. 3

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/SE 00/01453

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC7: D21C 9/147

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC7: D21C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

SE,DK,FI,NO classes as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 9715715 A1 (DEFIBRATOR INDUSTRIES AB), 1 May 1997 (01.05.97), figure 1	1,10-12
A	--	2-9
Y	SE 80067010 A (SCA DEVELOPMENT AKTIEBOLAG), 26 March 1982 (26.03.82), page 3, line 23 - line 27	1,10-12
A	--	2-9
A	SE 412610 B (RAUMA-REPOLA OY), 10 March 1980 (10.03.80)	1-12
	--	



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 November 2000

Date of mailing of the international search report

23 - 11 - 2000

Name and mailing address of the ISA:

Swedish Patent Office

Box 5055, S-102 42 STOCKHOLM

Facsimile No. +46 8 666 02 86

Authorized officer

Marianne Bratsberg/MP

Telephone No. +46 8 782 25 00

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/SE 00/01453

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 9630586 A1 (KVAERNER PULPING AB), 3 October 1996 (03.10.96), claim 1  -----	11

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

02/11/00

International application No.  
PCT/SE 00/01453

Patent document cited in search report			Publication date	Patent family member(s)		Publication date
WO	9715715	A1	01/05/97	AU	691132 B	07/05/98
				AU	7348396 A	15/05/97
				BR	9611243 A	30/03/99
				CA	2231048 A	01/05/97
				CN	1200154 A	25/11/98
				EP	0857231 A	12/08/98
				JP	11514410 T	07/12/99
				NO	981794 A	22/04/98
				NZ	320687 A	25/11/98
				SE	505141 C	30/06/97
				SE	9503720 A	24/04/97
-----						
SE	80067010	A	26/03/82	NONE		
-----						
SE	412610	B	10/03/80	CA	1047209 A	30/01/79
				DE	2441579 A	13/03/75
				FI	53848 B,C	02/05/78
				FI	273673 A	04/03/75
				JP	50070601 A	12/06/75
				SE	7411012 A	01/04/75
-----						
WO	9630586	A1	03/10/96	AU	697709 B	15/10/98
				AU	3690395 A	26/04/96
				EP	0796526 A	24/09/97
				EP	0826086 A	04/03/98
				FI	971355 A	02/04/97
				JP	10506762 T	30/06/98
				JP	11502574 T	02/03/99
				SE	9501094 A	29/09/96
				US	6035001 A	07/03/00
-----						